

**Nutriënten kwaliteitszorg programma : NUKWAP**

Wetenschappelijk ondersteuningsprogramma  
voor de normalisatie

deel II

**Eindverslag**

Federale Diensten voor  
WETENSCHAPPELIJKE, TECHNISCHE  
EN CULTURELE AANGELEGENHEDEN

**NUTRIENTEN KWALITEITSZORG PROGRAMMA: NUKWAP**

# **EINDVERSLAG**

**WETENSCHAPPELIJK  
ONDERSTEUNINGSPROGRAMMA  
VOOR DE NORMALISATIE:  
DEEL II**

**CONTRACT NO/02/013: 1 april 1996 – 31 december 1998**

**VZW NUBEL  
RIJKSADMINISTRATIEF CENTRUM  
1010 BRUSSEL**

# WETENSCHAPPELIJK ONDERSTEUNINGSPROGRAMMA VOOR DE NORMALISATIE : DEEL II

## EINDVERSLAG

VZW NUBEL, Rijksadministratief Centrum, 1010 Brussel.

Project : Nutriëntenkwaliteitszorgprogramma : NUKWAP

Contract : NO/02/013 : 1 april 1996 – 31 december 1998

## Indeling

1. Inleiding
  - 1.1 Belang van de studie in het kader van het programma
  - 1.2 Internationale interactie
  - 1.3 Doelstellingen
2. Methodologie
  - 2.1 Keuze van de te bepalen voedingsnutriënten in welbepaalde voedingsmiddelen
  - 2.2 Bemonstering
  - 2.3 Stabiliteit- en homogeniteitstesten
  - 2.4 Interlaboratorium onderzoeken
  - 2.5 Statistische verwerking
  - 2.6 Kwaliteitsborging
3. Resultaten
  - 3.1 Homogeniteits- en stabiliteitstesten
  - 3.2 Interlaboratorium onderzoeken
4. Besluiten en aanbevelingen
5. Synthese van het onderzoek / Synthèse de la recherche
6. Bijlagen

# WETENSCHAPPELIJK ONDERSTEUNINGSPROGRAMMA VOOR DE NORMALISATIE : DEEL II

## NUTRIENTENKWALITEITZORGPROGRAMMA

Normalisatieprocedures en kwaliteitsborgingssystemen voor analysegegevens in de Belgische  
voedingsmiddelentabel

### EINDVERSLAG

vzw NUBEL, Rijksadministratief Centrum, 1010 Brussel

In dit eindverslag wordt een overzicht gegeven van de activiteiten die, volgens de overeenkomst Nr. NO/02/013, door de vzw NUBEL van 1 april 1996 tot 31 maart 1999 in het kader van het project NUKWAP werden gecoördineerd, uitgevoerd, bediscussieerd en gerapporteerd.

#### 1. INLEIDING

In overleg met de wetenschappelijke Raad van de vzw NUBEL werd door de Raad van Beheer van de vzw NUBEL beslist om in het kader van het wetenschappelijk ondersteuningsprogramma voor de normalisatie, deel II, bij de Dienst voor Wetenschappelijke, Technische en Culturele Aangelegenheden (DWTC) een onderzoeksproject in te dienen met betrekking tot normalisatieprocedures en systemen van kwaliteitsborging voor analysegegevens in de Belgische voedingsmiddelentabel. Dit onderzoeksproject met als coördinator-projectverantwoordelijke ir. R. Van Havere en als promotor H. Beernaert, vzw NUBEL, werd door het DWTC aanvaard. Binnen het onderzoeksproject heeft de vzw NUBEL een coördinerende, administratieve en publicerende rol, met als belangrijkste taken het plannen van evaluatie- en coördinatievergaderingen en het inbrengen, verwerken en rapporteren van de gegevens. Met betrekking tot de uitvoering van het onderzoeksproject werd ondermeer ondersteuning verleend door de leden van het consortium, met name dhr. B. Buts, Ministerie van Volksgezondheid en Leefmilieu (Brussel), dhr. R. Keymolen, Instituut voor Veterinaire Keuring (Brussel), dhr. J.M. Beguin, Centre de Recherche d'informations des organisations de consommateurs (OIVO-CRIOC, Brussel), dhr. P. Croon, Normalisatieinstituut België (Brussel) en door Prof. J.M. Pycke Institut Paul Lambin (UER-Bromatologie), Prof. A. Huyghebaert (UG-Gent) en Prof. H. Deelstra (UIA-Antwerpen).

Deze drie professoren stonden in voor de coördinatie, de uitvoering van stabiliteit- en homogeniteitstesten van respectievelijk vetten en vetzuren, vitaminen en mineralen in diverse matrices. Zij waren met vzw NUBEL medecoördinator bij de organisatie van ringtesten met betrekking tot vermelde nutriënten.

De kwaliteitsborging van de uitgevoerde onderzoeken werd opgevolgd door H. Beernaert (Afgevaardigde Beheerder vzw NUBEL en Kwaliteitsverantwoordelijke van het Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid-Louis Pasteur). Tenslotte heeft vzw NUBEL beroep gedaan op J. De Beer (Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid-Louis Pasteur) voor de statische verwerking van de interlaboratorium gegevens. Hierbij werd gebruik gemaakt van het statistisch programma voor de verwerking van ringtest gegevens overeenkomstig de norm ISO 5725-2 (1994), ontwikkeld door H. Verplaetse (Ministerie Economische Zaken-Centraal Laboratorium). NUBEL wenst ook zijn dank te betuigen aan de wetenschappelijke adviezen verstrekt door J. Van Loco (Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid-Louis Pasteur) bij de interpretatie van sommige gegevens.

### **1.1 Belang van de studie in het kader van het programma**

De consument heeft recht op een correcte informatie met betrekking tot de samenstelling van zijn voeding. In het kader van de Europese regelgeving werden twee koninklijke BESLUITen gepubliceerd betreffende de **etikettering van voorverpakte voedingsmiddelen (KB van 13/11/1986, BS 02/12/1986)** en de **voedingswaarde –etikettering van voedingsmiddelen (KB 08/01/1992, BS 21/02/1992)**. Via de etikettering en voedingsaanbevelingen (**Nationale Raad voor de Voeding, Voedingsaanbevelingen voor België, Brussel, Ministerie van Sociale Zaken, Volksgezondheid en Leefmilieu, 1996**) beschikt de consument over instrumenten om zijn voedingsbehoeften in functie van zijn activiteiten en van een optimale gezondheid mede te bepalen.

Het voedingsbeleid inzake etikettering en aanbevelingen is gesteund op de accuraatheid van de gegevens inzake de nutritionele samenstelling van de verschillende voedingsmiddelen in het voedselpakket. Diverse actoren zijn hierbij betrokken: de overheid, de onderzoekers, het bedrijfsleven en de consumenten. De diverse actoren zijn complementair en kunnen een belangrijke bijdrage leveren in het bepalen van het voedingsbeleid. De overheid heeft een coördinerende rol en dient over accurate gegevens te beschikken om een inzicht in de gezondheidsproblematiek van de bevolking te bekomen en om een optimaal voedingsbeleid te voeren. Het opzetten van epidemiologische studies met als doel een relatie te leggen tussen gezondheid, ziekte en voedselconsumptie is slechts zinvol wanneer men over analysegegevens van voedingsmiddelen beschikt die bekomen zijn met gevalideerde methoden.

In deze optiek werd beslist om een onderzoeksproject uit te voeren waarbij specifieke nutriënten of voedingsstoffen van welbepaalde voedingsmiddelen worden geanalyseerd met genormaliseerde methoden of met methoden waarvan de kwaliteit van de analysegegevens integraal geborgd is.

In het programmaconcept werd geopteerd voor de analyse van mineralen, vitamines, totaal vet en vetzuren in voedingsmiddelen die representatief zijn voor een bepaalde groep voedingsmiddelen en waarvan de bijdrage tot het gemiddeld dagelijks voedingspakket hoog is.

Om het project uit te voeren werd een protocol opgesteld waarbij kwaliteitsborging in bemonstering, analysemethoden, statistische verwerking en validatie van analysegegevens prioritair was.

## **1.2 Internationale interactie**

Het verhandelen van voedingsmiddelen is een multinationaal gebeuren. In dit kader is de voedsetikettering geen nationale materie meer, maar wordt ze opgelegd via de Europese regelgeving. Om te vermijden dat handelsbelemmeringen schering en inslag zijn en dat analyses van dezelfde nutriënten of voedingsstoffen op welbepaalde voedingsmiddelen meermaals gebeuren, wordt binnen de internationale context geijverd om de analyses in de laboratoria te laten uitvoeren volgens gestandaardiseerde systemen van kwaliteitsborging, zodanig dat dankzij multilaterale overeenkomsten de analysegegevens van een laboratorium A in een land B ook aanvaard worden in land C. Op deze wijze kunnen analysegegevens tussen verschillende landen beter uitgewisseld worden wat ten goede komt aan de wetenschappelijke onderbouw van de voedingsmiddelentabellen. Dergelijke situatie leidt tot een verhoogde accuraatheid van de gegevens in de voedingsmiddelentabellen waardoor een optimaler voedingsbeleid kan gevoerd worden, de voedingswaarden exacter kunnen vastgelegd worden, de aanbevelingen wetenschappelijk beter kunnen onderbouwd worden en de aanduidingen op de voedsetikettering voor de consument informatief betrouwbaarder zijn.

In dit project werd een eerste stap gezet om de methoden die werden gebruikt bij de analyse van vermelde nutriënten internationaal te vergelijken. Om dit te verwezenlijken werden Nederlandse en Franse laboratoria bij het project betrokken.

## **1.3 Doelstellingen**

Het project heeft als doelstelling normalisatieprocedures en processen van kwaliteitsborging uit te werken voor de analyse van nutriënten in welbepaalde levensmiddelen. Deze procedures en processen moeten:

- De vzw NUBEL in staat stellen de analytische methoden die door de deelnemende laboratoria in het kader van interlaboratorium onderzoeken werden toegepast te valideren en na te gaan of ze op basis van acceptatiecriteria voor normalisatie in aanmerking komen.

- De betrokken actoren (het bedrijfsleven, het wetenschappelijk onderzoek, de overheid en de gebruikers van voedingsmiddelen) een betrouwbaar en precies meetinstrument bezorgen bij onderlinge uitwisseling van gegevens inzake nutritionele samenstelling van de voedingsmiddelen. Hierbij moet een zelfde maatstaf gehanteerd worden en is normalisatie zowel in de procedure van staalneming als in de verwerking van analysegegevens noodzakelijk.
- De databank van de Belgische Voedingsmiddelentabel bevat waardevolle analysegegevens over nutriënten. Voor de validatie van de analysegegevens moet aan de volgende voorwaarden voldaan worden:
  - ❖ De analysegegevens moeten bij voorkeur uitgevoerd worden in geaccrediteerde laboratoria;
  - ❖ Genormaliseerde of gevalideerde methoden moeten gebruikt worden;
  - ❖ De genomen stalen van het voedingsmiddel moeten representatief zijn voor de samenstelling van het voedingsmiddel.

Om aan deze voorwaarden te voldoen dient er nog heel wat onderzoek verricht te worden.

- De fabrikant van voedingsmiddelen toelaten de verantwoordelijkheid te nemen met betrekking tot de juistheid van de aangeduide nutritionele waarden. Dit is een verplichting zowel voor de eigen markt als voor de andere Europese Lidstaten. De voedingswaarde etikettering van voedingsmiddelen is gebaseerd op de Richtlijn 90/496/EEG van 24/09/1990 en werd omgezet in Belgisch Recht bij K.B. van 8 januari 1992. Deze Richtlijn bepaalt hoe de voedingswaarde etikettering moet worden aangeduid op voedingsmiddelen die in de Europese Unie worden verkocht. Dit project wil een bijdrage leveren tot de normalisatie van analysegegevens. Door deze gegevens te gebruiken wordt de fabrikant als informatieverstrekker ondersteund om de betrouwbaarheid van de verstrekte gegevens te verhogen. Om dit proces in een Europese context te plaatsen is samenwerking met BCR (Bureau Communautaire de Référence) en CEN (Comité Européen de Normalisation) belangrijk en moet er nagegaan worden welke voor de Belgische bedrijven en consumenten de beste vertaling is van de Europese Richtlijn 90/496/EEG.
- Het overleg tussen de gegevensverstrekkers en –gebruikers bevorderen. Met dit project wensen we de in België bestaande competenties en belangen bij elkaar te brengen. Zij die gegevens verstrekken behoren tot het bedrijfsleven (industrie en distributie) en de wetenschappelijke wereld. Zij die gegevens gebruiken zijn het bedrijfsleven (informatie - opvraag), de overheid, de medische en paramedische wereld, de onderwijsinstellingen en de verbruikers. Het project dat gefocust is op het wetenschappelijk onderzoek van 3 groepen van nutriënten in welbepaalde voedingsmiddelen wordt gecoördineerd door de respectievelijke sub-promotoren. Zij worden in het project als pilootlaboratoria aangeduid. Zij vormen met de laboratoria die dezelfde materie beheersen een soort netwerk wat in de praktijk wordt gerealiseerd via de organisatie van interlaboratorium onderzoeken.

De resultaten van deze onderzoeken zullen aan de gebruikers en de informatieverstrekkers ter informatie worden voorgelegd.

## 2. METHODOLOGIE

### 2.1 Keuze van de te bepalen nutriënten in welbepaalde voedingsmiddelen (april 1996)

In een eerste fase wordt nagegaan voor welke nutriënten normalisatieprocedures moeten opgesteld worden. Hierbij werden drie criteria gehanteerd:

➤ *De relevantie van de volksgezondheid*

Elk vitamine dient in voldoende mate aanwezig te zijn in de voeding om aan de behoefte van het individu te kunnen voldoen. Het zijn essentiële stoffen die de normale werking of de groei van het organisme verzekeren. Het menselijk lichaam kan deze stoffen zelf niet of in onvoldoende mate opbouwen. Vandaar dat we ze uit onze voeding moeten halen. Aangezien de **vitaminen** tot de vet- en wateroplosbare behoren werd besloten om uit elke groep tenminste één vitamine te kiezen. Vetoplosbare vitaminen (vb. vitamine A) kunnen voor een aanzienlijke periode in het lichaam worden opgeslagen. De wateroplosbare vitaminen (vb. vitamine B1) daarentegen kunnen continu met de voeding opgenomen worden aangezien de overmaat via de urine wordt uitgescheiden. Vermits de groep van de wateroplosbare vitaminen omvangrijker is dan de vetoplosbare, werd door de sub-promotoren van het project vooropgesteld om vitamine A voor de vetoplosbare en vitaminen B1 en B2 voor de wateroplosbare vitaminen te kiezen.

De keuze van het voedingsmiddel werd bepaald in functie van het voorkomen van het vitamine in het voedingsmiddel. Hierbij werd beslist om de volgende voedingsmiddelen te analyseren:

**Leverpastei → vitamine A**

**Volkorenbloem → vitamine B1**

**Drinkyoghurt → vitamine B2**

Naast de vitaminen zijn de **mineralen** als beschermende en/of bouwstoffen eveneens onontbeerlijk voor het functioneren van ons lichaam. Ze dragen bij tot de opbouw en werking van het lichaam.

De meeste mineralen komen in grote hoeveelheden in de voeding voor (vb. calcium, natrium, kalium, magnesium, e.a.). Daarnaast heeft men mineralen die in uiterst geringe mate noodzakelijk zijn voor de mens. Het betreft hier de zogenaamde sporenelementen (vb. ijzer, zink, koper, mangaan, e.a.). Er werd beslist de volgende mineralen en sporenelementen te onderzoeken: calcium, natrium, kalium, magnesium en zink. De relatie van de aan- en afwezigheid van deze mineralen met verschillende ziektepatronen is voldoende gekend:



calcium wordt gerelateerd met osteoporose en colonkanker; magnesium met ischemie; natrium met verhoogde bloeddruk; kalium is een essentieel element met natrium en zink is als geïntegreerd onderdeel van talrijke enzymatische systemen gerelateerd met tal van ziekten. Voor de keuze van te analyseren voedingsmiddelen werd geopteerd voor voedingsmiddelen die representatief zijn voor een bepaalde groep voedingsmiddelen waarvan de bijdrage tot het gemiddeld dagelijkse voedselpakket hoog is. Als basis hiervoor werd rekening gehouden met het gehalte aan eiwitten, vetten, koolhydraten, voedingsvezel en anorganisch materiaal. **In functie daarvan werd gekozen voor spinazie (gehakt, diepvries), magere yoghurt en volkorenbloem als representatief voedingsmiddel uit respectievelijk groenten, zuivel- en graanproducten.**

Vetten zijn voornamelijk brandstoffen en leveren energie voor het lichaam. Het totale vetgehalte dat wij uit de voeding opnemen, moet minimaal 15% en maximaal 30% bedragen om onze energiebehoefte te dekken. Een klein gedeelte wordt gebruikt voor de weefselopbouw, terwijl anderzijds de vetten ook zorgen voor de opname van vetoplosbare vitaminen. De organische opbouw van vetten bestaat uit de elementen koolstof (C), waterstof (H) en zuurstof (O). Vetten komen onder meer voor in de vorm van triglyceriden en bestaan uit een molecule glycerol waarvan de OH - groepen veresterd zijn. Qua vetzuurpatroon onderscheiden we verzadigde en onverzadigde **vetzuren**. Het lichaam kan alle verzadigde vetzuren aanmaken die het nodig heeft. Het nadeel van het gebruik van verzadigde vetzuren is dat het gehalte aan cholesterol in het bloed toeneemt en bijgevolg de ontwikkeling van hart- en vaatziekten bevordert. In de categorie van de onverzadigde vetzuren worden enkelvoudige en meervoudige vetzuren onderscheiden. De enkelvoudige verlagen het totale cholesterolgehalte van het bloed en het gehalte aan slagaderverwoestend LDL-cholesterol. De meervoudige kunnen eveneens het cholesterolgehalte verlagen, maar verlagen daarbij gelijktijdig het gehalte aan goede HDL-cholesterol. De meervoudige onverzadigde vetzuren spelen een belangrijke rol in het voorkomen van hart- en vaatziekten en worden daarom meestal gerelateerd met essentiële vetzuren.

Linolzuur en  $\alpha$ -linoleenzuur worden als de belangrijkste meervoudige onverzadigde vetzuren beschouwd. Vooral linolzuur speelt een belangrijke rol in het groeiproces, bevordert het herstel van de beschadigde weefsels, waarborgt de huidgaafheid en treedt op als regulerende factor van het basismetabolisme. Een andere belangrijke groep vetzuren zijn de **transvetzuren**. De ruimtelijke structuur van de transvetzuren lijkt goed op deze van de overeenkomstige verzadigde vetzuren en hebben ongeveer een rechte keten. Vergelijkbaar met de verzadigde vetzuren hebben zij een negatieve invloed op het cholesterolgehalte van het bloed: de slechte LDL-cholesterol verhoogt en de goede HDL-cholesterol verlaagt. Transvetzuren verhogen de behoefte aan essentiële vetzuren. Voor de analyse van de vetten werd gezocht naar een vleesproduct waarvan de goede smeerbaarheid te wijten is aan een hoog vetgehalte.

Er werd geopteerd voor **leverpasta**i aangezien dit voedingsmiddel vetzuren bevat die afkomstig zijn van het vlees en vetzuren afkomstig van de toegevoegde vetten. Als tweede voedingsmiddel werd gekozen voor **biscuit** omdat dit voedingsmiddel voornamelijk bereid is van producten van graangewassen waarin de aanwezige vetten bijna uitsluitend bestaan uit toegevoegde vetten. Voor de analyse van vetzuren werd besloten om de volgende chemische stoffen kwantitatief te bepalen:

|  |         |                    |
|--|---------|--------------------|
| <b>Verzadigde vetzuren</b>               | → C14:0 | → Myristinezuur    |
|  | → C16:0 | → Palmitinezuur    |
|  | → C18:0 | → Stearinezuur     |
| <b>Enkelvoudig onverzadigde vetzuren</b> | → C16:1 | → Palmitoleïnezuur |
|  | → C18:1 | → Oliezuur         |
| <b>Meervoudig onverzadigde vetzuren</b>  | → C18:2 | → Linolzuur        |

Voor de analyse van transvetzuren werd geopteerd voor de voedingsmiddelen wafels en chips.

➤ *De validatie van een specifieke analysetechniek*

Voor de uitvoering van de stabiliteits- en homogeniteitstesten werd voor de bepaling van bovenvermelde nutriënten beroep gedaan op de volgende technieken:

- Extractie volgens ISO 1443 voor de bepaling van het vetgehalte
- Gaschromatografie voor de bepaling van de vetzuren
- Hoge druk vloeistofchromatografie voor de bepaling van vitaminen
- Vlam atomaire absorptie spectrometrie voor de bepaling van mineralen.

Om de kwaliteit van de analysegegevens te verzekeren moeten de methoden gevalideerd zijn. De parameters die moeten onderzocht worden om een methode te valideren, zijn:

- De accuraatheid
- De herhaalbaarheid
- De intra – reproduceerbaarheid
- De reproduceerbaarheid
- De lineariteit en toepassingsgebied
- De aantoonbaarheidsgrens
- De bepalingsgrens
- De robuustheid

➤ *De beschikbaarheid van andere laboratoria*

Om de interlaboratorium onderzoeken uit te voeren en de passende conclusies te kunnen trekken werd in het project geopteerd om per nutriëntengroep minimaal 8 laboratoria bij de studie te betrekken. Hierbij is zowel beroep gedaan op Belgische, Nederlandse en Franse laboratoria ten einde de studie een internationaal karakter te geven. Er werd eveneens besloten geen resultaten te evalueren indien per groep van analyses geen resultaten van 5 verschillende laboratoria zouden aanwezig zijn.

## 2.2 **Bemonstering (1 juni 1996)**

Voor de bemonstering van de geprogrammeerde voedingsmiddelen, waarin het gehalte van vet, vetzuren, vitaminen en mineralen moet bepaald worden, werd door de leden van het consortium van het project een protocol opgesteld met vermelding van de volgende gegevens:

- **Monsternemer:** naam en telefoon
- **Laboratorium:** naam en adres
- **Monster**
  - Selectie van het voedingsmiddel
  - Wijze van monsterneming
  - Benaming van het voedingsmiddel
  - Beschrijving van het product
  - Handelsnaam van het voedingsmiddel
  - Plaats van bemonstering
  - Datum van bemonstering
  - Bemonsterde hoeveelheid
  - Lot- en volgnummer van de monsters
  - Datum minimale houdbaarheid
  - Aard van de verpakking
  - Gebruikte materialen voor bemonstering
- Technische specificaties opgelegd door het pilootlaboratorium: de monsters moeten allen uit een zelfde lot afkomstig zijn om de varianties qua samenstelling in het monster tot een minimum te beperken. Voor de analyses van vitaminen dient de monsterneming te gebeuren zo kort mogelijk na de productie en de bewaaromstandigheden tussen productie en staalneming moeten bekend zijn. Voor de verpakking van de te analyseren werden de volgende opties genomen:
  - ❖ **Leverpastei:** in individuele porties verpakken van ongeveer 100 g, vacuüm verpakt in plastic folie;
  - ❖ **Biscuits:** in individuele porties verpakken van ongeveer 50 g, vacuüm verpakt in plasticfolie;
  - ❖ **Volkorenbloem:** in individuele porties van ongeveer 50 g, in gesloten plasticzakjes;

- ❖ Drinkyoghurt: commerciële verpakkingen type Tetra-Brik of plastic flesjes met een minimum inhoud van 50 g.

Voor de monsters genomen in het kader van de bepaling van de andere groepen van nutriënten werden geen bijzondere specificaties voorgesteld.

De monsterneming is uitgevoerd door het Instituut voor Veterinaire Keuring en de Algemene Eetwareninspectie in samenwerking met drie pilootlaboratoria: Institut Paul Lambin, JM. PYCKE, voor de bepaling van vetgehalte en vetzuren in leverpastei en biscuit; Laboratorium voor Levensmiddelentechnologie, A. HUYGHEBAERT, voor de bepaling van vitamines in leverpastei, volkorenbloem en drankyoghurt; Laboratorium Bromatologie, H. DEELSTRA, voor de bepaling van mineralen en sporenelementen in spinazie, volkorenbloem en magere yoghurt.

### 2.3 **Stabiliteits- en homogeniteitstesten (1 juni 1996 – 31 maart 1997)**

Om de analysegegevens van nutriënten in welbepaalde gestandaardiseerde monsters van voedingsmiddelen, uitgevoerd in diverse laboratoria, al dan niet met verschillende methoden, te kunnen valideren is het noodzakelijk dat de homogeniteit en de stabiliteit van de te analyseren nutriënten in de diverse voedingsmiddelen vooraf gekend zijn. De monsters die voor het testen van de bekwaamheid van de laboratoria en voor de normalisatie van de analytische methoden worden gebruikt moeten homogeen en stabiel zijn. Om een indicatieve referentiewaarde aan deze monsters toe te kennen is tijdens de stabiliteit- en homogeniteitstesten vooral aandacht besteed aan de herhaalbaarheid en de binnenreproduceerbaarheid van de metingen en de betrouwbaarheidsgrenzen op de mediaan van de populatie van de meetresultaten. Aangezien de monsters die in een interlaboratorium onderzoek worden geanalyseerd een tijdsspanne doorlopen vanaf de monsterontvangst tot en met de analyse, is het noodzakelijk de stabiliteit van de nutriënten in de monsters te kennen, rekening houdend met de verschillende omstandigheden (vb. temperatuur) waarin de monsters worden vervoerd en bewaard.

De **homogeniteit** van de monsters werd als volgt bepaald:

- Bepaling van vet op 12 sub-monsters van het gehomogeniseerd bulkmonster leverpastei;
- Bepaling van vet op 6 sub-monsters van het bulkmonster speculaas;
- Bepaling van vetzuren op 18 sub-monsters van het bulkmonster leverpastei;
- Bepaling van de vetzuren op 17 sub-monsters van het bulkmonster biscuit;
- Bepaling van transvetzuren op 6 sub-monsters van de bulkmonsters wafel en chips;
- Bepaling van vitamine B1 op 10 sub-monsters van het bulkmonster volkorenbloem;
- Bepaling van vitamine B2 op 10 flesjes Yazoo drankyoghurt van een zelfde lotnummer;
- Bepaling van vitamine A op 10 sub-monsters van het bulkmonster leverpastei;
- Bepaling van mineralen op 10 sub-monsters van het gehomogeniseerde bulkmonster van spinazie, volkorenbloem en drankyoghurt.

Om de **stabiliteit** van de bereide monsters te testen werden de volgende tijdslijmieten en bewaaromstandigheden in acht genomen:

- Leverpastei → koelkast → dag 0,2,4,7,14,21,30 (vetten en vetzuren)  
→ diepvriezer → week 0,1,2,4,8,16, 25 (vetten en vetzuren)
- Biscuit → kamertemperatuur → week 0,1,2,3,4 (vetten en vetzuren)  
→ 37°C → dag 0,2,6,9,14 (vetten en vetzuren)  
→ diepvriezer → week 0,1,3,8,16 (vetten en vetzuren)
- Volkorenbloem → kamertemperatuur → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine B1)  
→ koelkast → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine B1)  
→ diepvriezer → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine B1)
- Drinkyoghurt → koelkast → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine B2)  
→ diepvriezer → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine B2)
- Leverpastei → koelkast → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine A)  
→ diepvriezer → dag 0,1,2,7,14,30,90 (vitamine A)
- Spinazie → vers → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)  
→ gelyofiliseerd → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)
- Volkorenbloem → vers → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)  
→ gelyofiliseerd → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)
- Drinkyoghurt → vers → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)  
→ gelyofiliseerd → dag 0,1,2,7,14,28,42,84 (mineralen)

Bij de bepaling van de nutriënten tijdens de stabiliteitstesten werd geen rekening gehouden met eventueel gewichtsverlies van het monster.

#### **2.4 Interlaboratorium onderzoeken (1 april 1997 – 30 juni 1998)**

Aangezien dit project tot doel heeft de in België bestaande competenties en belangen bij elkaar te brengen, werd getracht een samenwerking tot stand te brengen tussen de 3 pilootlaboratoria en de laboratoria die op basis van hun ervaring aan dit onderzoek wenselijk deel te nemen. Dit werd in de praktijk omgezet door de organisatie van interlaboratorium onderzoeken. De monsters werden in de pilootlaboratoria bereid en te samen met het bemonsteringsprotocol (bijlage 1) naar de deelnemende laboratoria gebracht via de diensten van de eetwareninspectie. In het protocol werden vooral criteria beschreven die betrekking hadden op de bereidingswijze, de verpakkings- en transportomstandigheden van de monsters en de registratie en rapportering van analysegegevens. De monsters werden binnen een tijdsspanne van twee dagen aan de Belgische, Franse en Nederlandse deelnemende laboratoria overgemaakt.

De deelnemende laboratoria werden geselecteerd in functie van hun accreditatie- en erkenningsstatuut of op hun ervaring die ze met de uit te voeren analyses hadden. Aangezien voor de uitvoering van de analyses speciale apparatuur was vereist, elk laboratorium niet over dezelfde apparatuur beschikte en de analyses binnen een vooropgestelde tijdslimiet moesten uitgevoerd worden, werd beslist dat de deelnemende laboratoria de analyses met hun eigen gevalideerde methode mochten uitvoeren. Vandaar dat deze vergelijkende studie niet als een ringtest wordt beschouwd maar als een interlaboratorium onderzoek. Het **doel van dit interlaboratorium onderzoek** is de resultaten van de methoden die gebruikt worden voor de bepaling van mineralen, vitaminen A, B1 en B2, vet en vetzuren met elkaar te vergelijken en na te gaan welke methoden er kunnen geaccepteerd en genormaliseerd worden met betrekking tot de opname van analysegegevens in de voedingsmiddelentabel. Om de resultaten van het onderzoek statistisch te kunnen verwerken werd vooropgesteld dat per type analyse en per matrix resultaten van 8 laboratoria moeten ter beschikking zijn.

Op vraag van de Wetenschappelijke Raad van de vzw NUBEL werd, met instemming van DWTC, het project uitgebreid met de bepaling van transvetzuren in wafels en chips .

Aan het interlaboratorium onderzoek werd door de volgende laboratoria deelgenomen:

1. Laboratorium Bromatologie (UIA), Antwerpen (B)
2. Institut Paul Lambin, Brussel (B)
3. Laboratorium Levensmiddelentechnologie en Voeding(RUG), Gent
4. Chemiphar, Brugge (B)
5. ECCA, Zwijnaarde (B)
6. LARECO, Marche (B)
7. L.O.V.A.P., Geel (B)
8. Keuringsdienst van Waren, Maastricht (NI)
9. Keuringsdienst van Waren, 'S-Hertogenbosch (NI)
10. DVK - CLO, Melle (B)
11. SGS Agrilab, Antwerpen (B)
12. Stadslaboratorium, Gent (B)
13. Université Catholique de Louvain (UCL), Louvain-La-Neuve (B)
14. Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid – Louis Pasteur, Brussel (B)

Voor de uitvoering van het interlaboratorium onderzoek werden per matrix en per nutriënt 2 homogene monsters overgemaakt waarop drie analyses moesten uitgevoerd worden.

Vb.: leverpastei :

monster A (vitamine A) : 3 analyses x 9 deelnemende laboratoria = 27 resultaten

monster B (vitamine A) : 3 analyses x 9 deelnemende laboratoria = 27 resultaten

monster A (vetgehalte) : 3 analyses x 12 deelnemende laboratoria = 36 resultaten

monster B (vetgehalte) : 3 analyses x 12 deelnemende laboratoria = 36 resultaten

monster A (vetzuren) : 3 analyses x 12 deelnemende laboratoria = 36 resultaten

monster B (vetzuren) : 3 analyses x 12 deelnemende laboratoria = 36 resultaten

In deze stap van het onderzoek hadden de pilootlaboratoria als opdracht analyses onder voorwaarden van herhaalbaarheid uit te voeren op de homogene monsters die naar de deelnemende laboratoria moesten verstuurd worden. De gemiddelde berekende waarde van elke nutriënt zou als referentiewaarde worden beschouwd bij de statistische berekening van de analyseresultaten van het interlaboratorium onderzoek.

## **2.5 Statistische verwerking (september – december 1998)**

Bij de statistische verwerking van de resultaten van de deelnemende laboratoria werden, overeenkomstig de criteria van de standaard ISO 5725-1 tot 6<sup>(1 - 6)</sup>, de volgende parameters onderzocht:

- Bepaling van de "stragglers" en "outliers" door middel van de Cochran test en de enkelvoudige en dubbele Grubbs test
- Aantal uitgevoerde testen (N)
- Gemiddelde waarde van de bepaalde nutriënt (X)
- Standaardafwijking op de herhaalbaarheid ( $\sigma_r$ )
- Relatieve standaardafwijking op herhaalbaarheid ( $RSD_r$  %)
- Standaardafwijking op de reproduceerbaarheid ( $\sigma_R$ )
- Relatieve standaardafwijking op reproduceerbaarheid ( $RSD_R$  %)
- Herhaalbaarheid r (95) ISO 5725 - 2
- Reproduceerbaarheid R (95) ISO 5725 - 2
- Vergelijking van methoden op basis van de F – distributie<sup>(7)</sup>
- Variantie analyse (ANOVA)<sup>(8)</sup>
- Z-score

De criteria met betrekking tot het bepalen van "stragglers" en "outliers", berekend met de Cochran en Grubbs testen, zijn opgenomen in de tabellen van de standaard ISO 5725-2.

Rekening houdend met de vergelijking van Horwitz<sup>(9, 10)</sup> voor de berekening van de Relatieve Standaardafwijking  $RSD_R = 2^{(1-0.5 \log C)}$  wordt gesteld dat de resultaten per nutriënt en per matrix tussen de laboratoria in functie van de te bepalen concentratie een bepaald percentage niet mogen overschrijden. Aangezien de vergelijking van Horwitz een maat is voor de reproduceerbaarheid (R) van de analyseresultaten tussen laboratoria, werd voor de berekening van de herhaalbaarheid (r) en binnenreproduceerbaarheid (r) een correctiefactor van **0,66** ten opzichte van de reproduceerbaarheid in rekening gebracht.

## 2.6 Kwaliteitsborging (ganse duur van het project)

In het kader van de validatie van methoden en resultaten is kwaliteitsborging op internationaal niveau meer en meer vereist. Dit betekent dat de rapportering en publicatie van analysegegevens internationaal gemakkelijker zullen aanvaard worden indien ze bekomen worden via een kwaliteitssysteem dat toegepast wordt overeenkomstig de criteria van een internationaal aanvaarde standaard. De standaard ISO 17025 (vroeger EN 45001) welke algemene criteria voorschrijft met betrekking tot de technische competentie van testlaboratoria, is één van de meest toegepaste standaarden op dit niveau. Om de kwaliteitsborging van het NUKWAP project op te volgen zijn er bij de pilootlaboratoria diverse audits uitgevoerd en werd bij de deelnemende laboratoria hun gevolgde meetprogramma opgevraagd om na te gaan of voldoende kwaliteitscriteria aanwezig waren die de validatie van de analysegegevens konden verzekeren. Hierbij kan gesteld worden dat het grootste gedeelte van de deelnemende laboratoria EN 45001 geaccrediteerd waren.

Binnen het NUKWAP project werden een aantal kritische fasen gedefinieerd die op basis van criteria voor kwaliteitszorg werden beoordeeld. Het betreft:

- De monsterneming en het vervoer van monsters;
- De validatie van de gevolgde analysemethode en van de resultaten van de homogeniteit- en stabiliteitstesten;
- De organisatie en uitvoering van de interlaboratorium onderzoeken;
- De verwerking en rapportering van de analysegegevens.

## 3. RESULTATEN

### 3.1 Homogeniteit- en stabiliteitstesten

#### 3.1.1 *Vetgehalte*

De testen voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van het vet in eetwaren werd uitgevoerd door het Laboratorium voor Bromatologie van het Instituut Paul Lambin, onder de leiding van Prof. J.M. Pycke. Als eetwaren werd geopteerd voor leverpastei en biscuit.

Leverpastei is een gestructureerd product dat bekomen wordt door het koken van een mengsel van lever met andere vleesproducten, melkproducten, specerijen en soms zetmeel. Dergelijke producten kunnen een vetgehalte hebben tot 50% en zijn relatief homogeen. Biscuit (vb. speculaas) is samengesteld uit meel, suiker en vetstoffen. Het vetgehalte kan 20 tot 25% bereiken.



Er zijn verschillende definities met betrekking tot het begrip vet, welke kan toegeschreven worden aan de verschillende calorische inbreng van een triglyceride, een monoglyceride of een diglyceride. De beste benadering van het begrip vet wordt gegeven door de "Food and Drug Administration", waarbij de definitie van totaal vet wordt geformuleerd als:

**Total FAT = sum of all lipid fatty acids expressed as triglycerides (i.e. fatty acids from mono-, di- and triglycerides, fatty acids, phospholipids and sterol esters).**

Voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van het vet in leverpastei werden 18 zakjes van 250 gram in het Brussels Gewest aangekocht. De inhoud van deze zakjes werd gemengd in een Varimixer. Van de gemengde massa werden 42 plasticzakjes met  $100 \pm 5$  gram leverpastei gevuld. Deze zakjes werden onder vacuum gedicht en chronologisch genummerd. De zakjes 1 tot 6 werden bewaard voor het uitvoeren van de test "homogeniteit". De overblijvende zakjes werden in twee groepen verdeeld om de test stabiliteit uit te voeren. Groep 1 bevatte 18 zakjes die bewaard werden in de koelkast bij  $4 - 7^{\circ}\text{C}$ . 3 zakjes werden geanalyseerd na 0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen opslag. Groep 2 bevatte 18 zakjes die bewaard werden in de diepvriezer bij  $-18^{\circ}\text{C}$ . 3 zakjes werden geanalyseerd na 0, 1, 2, 4, 8, 16 en 25 weken opslag. De zakjes, die in de diepvriezer werden bewaard, werden één nacht in de koelkast bewaard ten einde ze te ontvriezen vooraleer ze geanalyseerd werden.

Voor de bepaling van de homogeniteit en de stabiliteit van het vet in biscuit werden 2 pakken van circa 1 kg (totaal 2 kg) speculaas door NUBEL aangekocht en aan het Laboratorium Bromatologie van het Institut Paul Lambin te Brussel overgemaakt.

De totale massa werd tot fijn poeder gemalen en vervolgens in een Varimixer gebracht ten einde de totale massa goed te mengen.

Van deze gemengde massa werden plasticzakjes gevuld met ongeveer 50 gram poeder speculaas. De zakjes werden onder vacuum gedicht en chronologisch genummerd. De zakjes 1 tot 3 werden bewaard voor het uitvoeren van de test "homogeniteit", terwijl de overblijvende zakjes werden verdeeld in drie groepen voor het uitvoeren van de test "stabiliteit". Elke groep bevatte 12 zakjes van circa 50 gram gemalen speculaas. De zakjes behorende tot de groep 1 werden bewaard bij kamertemperatuur ( $20 - 25^{\circ}\text{C}$ ). Drie zakjes werden geanalyseerd na 0, 1, 2, 3 en 4 weken opslag. De zakjes behorende tot groep 2 werden bewaard in een droogstoof bij  $37^{\circ}\text{C}$ . Drie zakjes werden geanalyseerd na 0, 2, 6, 9 en 14 dagen opslag. De zakjes behorende tot groep 3 werden bewaard in een diepvriezer bij  $-15$  tot  $-18^{\circ}\text{C}$ . Drie zakjes werden geanalyseerd na 0, 1, 3, 8 en 16 weken opslag.

Voor de bepaling van totaal vet heeft het laboratorium een genormaliseerde methode toegepast (ISO1443). 5 gram monster werd na behandeling in zuur milieu (HCl 4M), gefiltreerd, gedroogd bij kamertemperatuur en vervolgens in een Soxhlet geëxtraheerd met petroleumether 40-60. Het vetgehalte werd gemeten door het wegen, na verdrijving van het oplosmiddel. Elk monster werd in tweevoud geanalyseerd.

- De statistische gegevens betreffende de "homogeniteitstest" van vet in leverpastei en speculaas zijn samengevat in bijlage 2, tabel 1. De evaluatie van de gegevens laat toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- **Leverpastei:**

Het gemiddeld vetgehalte ( $X$  %) in leverpastei, berekend op de resultaten van 6 monsters in duplo geanalyseerd, is 28,13% met een standaardafwijking ( $\sigma_r$ ) van 0,47%. Het gemiddeld vetgehalte in leverpastei, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 28,90%.

De relatieve herhaalbaarheid standaardafwijking ( $RSD_r$ ) is 1,69%. De indicatieve relatieve herhaalbaarheid standaardafwijking  $RSD_r$ , berekend met behulp van de Horwitz vergelijking ( $RSD_r = 2^{(1-0,5 \log C)} \times 0,66$ ) voor analyses van referentiemateriaal, uitgevoerd onder dezelfde proefomstandigheden, is 1,61%. Dit betekent dat de  $RSD_r$  berekend op de resultaten van de homogeniteitstest iets hoger ligt dan de indicatieve  $RSD_r$ .

De limiet van de herhaalbaarheid ( $r = 2,8 \times \sigma_r$ ) is 1,32% vetgehalte en wordt gedefinieerd als het absolute verschil waarbinnen twee testresultaten onder dezelfde proefomstandigheden met 95% zekerheid kunnen verwacht worden.

- **Speculaas:**

Het gemiddeld vetgehalte in speculaas, berekend op de resultaten van 3 monsters in duplo geanalyseerd, is 16,95% met een standaardafwijking van 0,32%. Het gemiddeld vetgehalte van speculaas, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 20,10% en is beduidend hoger dan het vetgehalte bepaald in het referentiemonster.

De relatieve herhaalbaarheid standaardafwijking ( $RSD_r$ ) is 1,88%. De  $RSD_r$ , berekend met behulp van de Horwitz vergelijking voor analyses van referentiemateriaal, uitgevoerd onder dezelfde proefomstandigheden, is 1,74%. Zoals bij leverpastei is de  $RSD_r$  berekend op de resultaten van de homogeniteitstest iets hoger dan de indicatieve  $RSD_r$ .

De limiet van de herhaalbaarheid  $r$  is 0,89%.

### **BESLUIT:**

De resultaten van het onderzoek tonen aan dat het gemiddeld vetgehalte in het monster leverpastei in overeenstemming is met de waarde gepubliceerd in de NUBEL voedingsmiddelentabel. Daarentegen is het vetgehalte, bepaald in het monster speculaas, duidelijk groter dan de waarde vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel.

Aangezien de relatieve herhaalbaarheid standaardafwijkingen op het vetgehalte, bepaald in leverpastei en speculaas, iets groter is dan de indicatieve waarde, berekend met de Horwitz vergelijking, dient de analytische methode verder gevalideerd te worden.

De limieten van herhaalbaarheid voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei en speculaas zijn respectievelijk 1,32% en 0,89% vetgehalte. Aangezien als criterium voor de homogeniteit een variantie van 3% vetgehalte in de monsters leverpastei en speculaas is vooropgesteld kunnen we op basis van de berekende waarden voor de limieten van herhaalbaarheid stellen dat het vetgehalte in de monsters leverpastei en speculaas homogeen verdeeld is.

- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vet in leverpastei zijn samengevat in bijlage 2, tabel 2. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- **Leverpastei:**

- **❖ Bewaring tussen 2-5°C en geanalyseerd over een periode van 30 dagen**

Het totaal gemiddeld vetgehalte ( $X$  %) in leverpastei bedraagt 28,13% met een standaardafwijking ( $\sigma_r$ ) van 0,34%. De gemiddelde minimum en maximum vetgehalten bedragen respectievelijk  $27,78 \pm 0,20$  en  $29,00 \pm 1,12\%$ . ( $\pm$  is de maximum en minimum afwijking op het gemiddeld berekend vetgehalte)

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 1,21% en is lager dan de  $RSD_R$  van 2,42%, berekend met behulp van de Horwitz vergelijking.

Per tijdstip (0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. De maximale standaardafwijking van 1,18% vetgehalte onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 21.

De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 4,17% en is hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,53%. Ook de waarden bekomen op dag 14 en 30 overschrijden het Horwitz criterium. Het minimum gemiddeld vetgehalte van 27,78% werd gemeten op dag 7, terwijl het maximaal gemiddeld vetgehalte van 29,00% gemeten werd op dag 30.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  ( $R = 2,8 \times \sigma_R$ ) is 0,95% vetgehalte en is gedefinieerd als het absolute verschil waarbinnen twee testresultaten in hetzelfde laboratorium onder verschillende proefomstandigheden met 95% zekerheid kunnen verwacht worden. De validatieparameter  $R$  (0,95% vetgehalte) is kleiner dan de  $r$  (1,32% vetgehalte). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat  $R$  ( $N = 21$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de  $r$  ( $N = 12$ ).

❖ **Bewaring bij  $-18^\circ\text{C}$  en geanalyseerd over een periode van 25 weken**

Het totaal gemiddeld vetgehalte in leverpastei bedraagt 28,38% met een standaardafwijking van 0,20%. De gemiddelde minimum en maximum vetgehalten bedragen respectievelijk  $28,00 \pm 0,25$  en  $28,69 \pm 0,28\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 0,70% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde van 2,42%, berekend met behulp van de Horwitz vergelijking.

Per tijdstip (0, 1, 2, 4, 8, 16 en 25 weken) werden drie analyses uitgevoerd. De maximale standaardafwijking van 0,28% vetgehalte onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 25. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 0,98%. Deze waarde is lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,53%. Het minimum gemiddeld vetgehalte van 28,00% werd gemeten op week 8, terwijl het maximaal gemiddeld vetgehalte van 28,69% gemeten werd op week 25.

De validatieparameter  $R$  (0,56% vetgehalte) is kleiner dan  $r$  (1,32% vetgehalte). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 21$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 12$ ).

Om na te gaan of er een significant verschil is tussen de meetresultaten van het gemiddeld vetgehalte van de monsters, bewaard bij  $2-5^\circ\text{C}$  en  $-18^\circ\text{C}$  en geanalyseerd op verschillende tijdstippen, werd een one way ANOVA test (Microsoft Excel 97™) uitgevoerd.

De variantie op de meetresultaten van de monsters leverpastei zijn respectievelijk 0,183 (2-5°C) en 0,064 (-18°C). De F - ratio is 1,77 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,74. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de analytische fout te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het vetgehalte in leverpastei in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. Hierbij werd het volgend mathematisch model gebruikt:

$$X = X_0 e^{-kt}$$

X: vetgehalte in % uitgedrukt

$X_0$ : vetgehalte in % bij tijdstip  $t = 0$

Of  $\ln(X) = \ln(X_0) - kt$

k: de richtingscoëfficiënt van bovenvermelde regressielijn waarbij  $\ln(\text{concentratie})$  gefit wordt in functie van de tijd

$$\text{Halfwaardetijd } (t_{1/2}) = \ln(2)/k$$

#### **BESLUIT:**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijkingen van de analytische methode gebruikt voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei, bewaard bij koelkast en diepvries temperatuur, zijn duidelijk lager dan de indicatieve waarden berekend volgens Horwitz. Uit de resultaten van de stabiliteitstest kan echter besloten worden dat de analytische methode wel geschikt is voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei.

De limieten van de binnenreproduceerbaarheid voor de resultaten van het vetgehalte in leverpastei, bewaard bij koelkast en diepvriestemperatuur, zijn kleiner dan 1% vetgehalte wat de thesis van de homogeniteit van het vetgehalte in leverpastei bevestigt.

De stabiliteit van het vetgehalte in leverpastei onder verschillende bewaringsomstandigheden werd onderzocht op basis van de berekening van de halfwaardetijd. Figuren 1 en 2 tonen aan dat het vetgehalte niet significant wijzigt in functie van de bewaartermijn. Uit de one way ANOVA test blijkt dat de F-ratio berekend op de meetwaarden van het vetgehalte in de leverpastei, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden, lager is dan de kritische  $F_{95}$  - ratio. Bijgevolg kunnen de monsters leverpastei zowel onder koelkast als onder diepvries omstandigheden bewaard worden tijdens de organisatie en realisatie van een interlaboratorium onderzoek.

Het gehomogeniseerde monster leverpastei kan als referentiemateriaal voor interlaboratoriumonderzoek gebruikt worden als de materialen tijdens het vervoer en vóór het uitvoeren van de analyse onder koelkast- of diepvriesomstandigheden bewaard worden en binnen de 30 dagen geanalyseerd worden.

- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vet in speculaas zijn samengevat in bijlage 2, tabel 3. De evaluatie van de gegevens laat toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- Speculaas:

- ❖ **Bewaring bij kamertemperatuur (20–25°C) en geanalyseerd over een periode van 4 weken**

Het totaal gemiddeld vetgehalte in speculaas bedraagt 16,98% met een standaardafwijking van 0,13%. De gemiddelde minimum en maximum vetgehalten bedragen respectievelijk  $16,84 \pm 0,10$  en  $17,21 \pm 0,04\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 0,77% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,61%, berekend met behulp van de Horwitz vergelijking.

Per tijdstip (0, 1, 2, 3 en 4 weken) werden drie analyses uitgevoerd. De maximale standaardafwijking van 0,37% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 2. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 2,19%. Deze ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,74%. Het minimum gemiddeld vetgehalte van 16,84% werd gemeten op week 4, terwijl het maximaal gemiddeld vetgehalte van 17,21% gemeten werd op dag week 1.

De validatieparameter  $R$  (0,36%) is kleiner dan de  $r$  (0,89%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de limiet van de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de limiet van de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

- ❖ **Bewaring in een droogstoof bij 37°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen**

Het gemiddeld vetgehalte in speculaas bedraagt 16,82% met een standaardafwijking van 0,37%. De gemiddelde minimum en maximum vetgehalten bedragen respectievelijk  $16,07 \pm 0,52$  en  $17,11 \pm 0,06\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 2,20% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,61%, berekend met behulp van de Horwitz vergelijking.

Per tijdstip (0, 2, 6, 9 en 14 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. De maximale standaardafwijking van 0,52% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 3,24%. Deze ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,74%. Het minimum gemiddeld vetgehalte van 16,07% werd gemeten op dag 2, terwijl het maximaal gemiddeld vetgehalte van 17,11% gemeten werd op dag 14.

De validatieparameter  $R$  (1,04%) is slechter dan de  $r$  (0,89%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de limiet van de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de limiet van de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring bij  $-18^\circ\text{C}$  en geanalyseerd over een periode van 26 weken.**

Het gemiddeld vetgehalte in speculaas, bedraagt 17,24% met een standaardafwijking van 0,17%. De gemiddelde minimum en maximum vetgehalten bedragen respectievelijk  $16,95 \pm 0,26$  en  $17,49 \pm 0,26\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 0,99% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,61%, berekend met behulp van de Horwitz vergelijking.

Per tijdstip (0, 1, 3, 8 en 16 weken) werden drie analyses uitgevoerd. De maximale standaardafwijking van 0,26% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyses uitgevoerd op week 0 en 1. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 1,51%. Deze waarde ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,74%. Het minimum gemiddeld vetgehalte van 16,95% werd gemeten op week 0, terwijl het maximaal gemiddeld vetgehalte van 17,49% gemeten werd op week 1.

De validatieparameter  $R$  (0,48%) is kleiner dan de  $r$  (0,89%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de limiet van de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de limiet van de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ). Rekening houdend met bovenvermelde gegevens werd het significant verschil tussen de meetresultaten van het gemiddeld vetgehalte van de monsters, bewaard bij verschillende temperatuursomstandigheden en geanalyseerd op verschillende tijdstippen, door middel van een one way ANOVA test berekend.

De varianties op de meetresultaten van de monsters speculaas, bewaard bij verschillende temperaturen, zijn respectievelijk 0,020 (20-25°C), 0,183 (37°C) en 0,040 (-18°C). De F-ratio is 2,78 en lager dan de kritische  $F_{95}$  - ratio van 3,89. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het vetgehalte in speculaas in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 3 – 5)

#### **BESLUIT:**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijkingen berekend op basis van de meetresultaten bekomen met de analytische methode gebruikt voor de bepaling van het vetgehalte in speculaas, bewaard bij 37°C, kamer en diepvriestemperatuur, zijn duidelijk lager dan de indicatieve waarden berekend volgens Horwitz. De resultaten van deze stabiliteitstest bevestigen dat de toegepaste analytische methode wel geschikt is voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei.

De limieten van de binnenreproduceerbaarheid voor de resultaten van het vetgehalte in speculaas, bewaard bij 37°C, kamer en diepvriestemperatuur, zijn kleiner of gelijk dan 1% vetgehalte wat de thesis van de homogeniteit van het vetgehalte in speculaas bevestigt.

De stabiliteit van het vetgehalte in speculaas onder verschillende bewaringsomstandigheden werd onderzocht op basis van de berekening van de halfwaardetijd. Figuren 3 - 5 tonen aan dat het vetgehalte niet significant wijzigt in functie van de bewaartermijn.

Uit de one way ANOVA test blijkt dat de F-ratio berekend op de meetwaarden van het vetgehalte in speculaas, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden, lager is dan de kritische  $F_{95}$  - ratio. Bijgevolg kunnen de monsters speculaas zowel bij 37°C, kamer en diepvriesomstandigheden bewaard worden tijdens de organisatie en realisatie van een interlaboratorium onderzoek.



Het gehomogeniseerde monster speculaas kan als referentiemateriaal voor interlaboratoriumonderzoek gebruikt worden als de materialen tijdens het vervoer en vóór het uitvoeren van de analyse bij 37°C, kamer of diepvriestemperatuur worden bewaard en binnen de 15 dagen worden geanalyseerd.

### 3.1.2 Gehalte aan vetzuren

De testen voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van de vetzuren in eetwaren werd uitgevoerd door het Laboratorium voor Bromatologie van het Instituut Paul Lambin, onder de leiding van Prof. J.M. Pycke. Als eetwaren werd geopteerd voor leverpastei en biscuit.

Vetzuren zijn een substantieel gedeelte van totaal vet en bevatten verschillende hoeveelheden koolstof, waterstof en zuurstof.

De meest voorkomende vetzuren in eetwaren bevatten 16 of 18 koolstofatomen en hebben meestal een rechte keten. Andere vetzuren hebben een langere of kortere keten waarbij het aantal koolstofatomen varieert van 4 tot 26. In eetwaren en in het menselijk lichaam zijn de vetzuren gewoonlijk gecombineerd met moleculen glycerol. Naarmate één, twee of drie moleculen vetzuur gebonden worden met één molecule glycerol bekomt men mono-, di- of triglyceriden.

Met betrekking tot het onderzoek van het gehalte aan vetzuren in leverpastei en speculaas werden de verzadigde vetzuren (som van de gehalten vetzuur C14, C16, C18 en C20), de monoonverzadigde vetzuren (som van de gehalten vetzuur C16:1, C18:1, C20:1 en C22:1), de polyonverzadigde vetzuren (som van de gehalten vetzuur C18:2, C18:4, C20:4 en C22:2) en de transvetzuren bepaald. De transvetzuren worden gevormd bij gedeeltelijke hydrogenatie van vetten en oliën. Bij de commerciële hydrogenatie wordt vooral het C18:1 transvetzuur (elaïdinezuur) gevormd, terwijl bij biohydrogenatie trans-vacceenzuur de belangrijkste component is. Transvetzuur van linolzuur en C16:1, C20:1 en C22:1 transvetzuren kunnen ook in diverse oliën en vetten voorkomen. Aangezien hun rol in de gezondheid progressief toeneemt is de bepaling ervan in vetten en oliën uitermate belangrijk.

Voor de bepaling van de vetzuren werd vooraf het vet geëxtraheerd <sup>(6)</sup> na enzymatische hydrolyse. Met deze methode kunnen tijdens het filtreren, afgieten, scheiden en wassen aanzienlijke verliezen optreden. Daardoor dient een interne standaard gebruikt te worden. Vervolgens worden de vetzuren door methylering veresterd en gaschromatografisch bepaald. De verestering van de vetzuren werd uitgevoerd met boortrifluoride (BF<sub>3</sub>) en zwavelzuur (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van de vetzuren in de monsters leverpastei en speculaas werden dezelfde monsters gebruikt als deze voor de bepaling van totaal vet. Van elk zakje monster werd respectievelijk 5 gram leverpastei en 6 gram speculaas afgewogen. Het vet werd kwantitatief opgelost in een mengsel van chloroform – methanol en aan een aliquot van deze oplossing werd een bepaalde hoeveelheid interne standaard <sup>13</sup>C-methylester toegevoegd.

Na het wassen van de oplossing met water werden de laatste sporen water in de oplossing verwijderd door filtreren op natriumsulfaat. Vervolgens werd het grootste deel van het solvent op de rotavapor afgedampt en het overblijvend gedeelte onder stikstof drooggedampt. De vetzuren, geëxtraheerd uit leverpastei, werden veresterd via zure catalyse. De vetzuren, geëxtraheerd uit speculaas, werden veresterd via basische catalyse.

De gaschromatografische scheiding van de veresterde vetzuren werd uitgevoerd op een polaire SIL-88 kolom van 50 meter. De veresterde vetzuren, afkomstig uit leverpastei, werden geanalyseerd bij een kolomtemperatuur van 170 tot 210°C en van 80 tot 220°C voor de veresterde vetzuren, afkomstig uit speculaas. Het gehalte van elk veresterd vetzuur wordt procentueel uitgedrukt ten opzichte van het totaal aan veresterde vetzuren dat via gaschromatografie wordt bepaald.

- De statistische gegevens betreffende de "homogeniteitstest" van vetzuren in leverpastei en speculaas zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 4 en 5. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- **Leverpastei:**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigde, monoönverzadigde, polyönverzadigde en transvetzuren in leverpastei, berekend op de resultaten van 12 geanalyseerde monsters, bedraagt respectievelijk 38,40 – 44,63 – 16,25 en 0,73% met een standaardafwijking van 0,54 – 0,40 – 0,19 en 0,02%. Bij de groep van de polyönverzadigde vetzuren vertegenwoordigt linolzuur 13,7% (standaardafwijking 0,13%). De gemiddelde waarden van verzadigde, monoönverzadigde en polyönverzadigde vetzuren in leverpastei, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, zijn respectievelijk 29,4 – 44,6 en 11,8%. De waarde voor linolzuur bedraagt 11,8%. Deze waarden zijn beduidend lager dan deze bepaald in het pilootmonster. De waarden voor monoönverzadigde vetzuren is praktisch gelijk.

De RSD, waarden bedragen respectievelijk 1,41 - 0,90 - 1,16 en 2,74% en zijn lager dan de overeenkomstige indicatieve Horwitz waarden (1,54 – 1,51 – 1,75 en 2,80%), berekend voor analyses uitgevoerd op referentiematerialen onder dezelfde proefomstandigheden.

De limieten van de herhaalbaarheid ( $r = 2,8 \times \sigma_r$ ) voor de verzadigde, monoönverzadigde, polyönverzadigde en transvetzuren in leverpastei zijn respectievelijk 1,51 – 1,12 – 0,53 en 0,06%.

▪ **Speculaas:**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigde, monoonverzadigde, polyonverzadigde en transvetzuren in speculaas, berekend op de resultaten van 6 geanalyseerde monsters, bedraagt respectievelijk 68,48 – 24,89 – 4,24 en 2,39% met een standaardafwijking van 0,69 – 0,57 – 0,18 en 0,21%. Het linolzuur vertegenwoordigt 3,51% (standaardafwijking 0,17%) van het gehalte aan polyonverzadigde vetzuren. De gemiddelde waarden van verzadigde, monoonverzadigde en polyonverzadigde vetzuren in speculaas, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, zijn respectievelijk 45,3 – 33,8 en 10,4%. De waarde voor linolzuur bedraagt 10,0%. De waarde van de verzadigde vetzuren in het pilootmonster is beduidend hoger dan de NUBEL waarde, en beduidend lager voor de monoonverzadigde en polyonverzadigde vetzuren, alsook voor linolzuur.

De RSD, waarden bedragen respectievelijk 1,01 – 2,30 – 4,50 en 8,58% en zijn lager dan de overeenkomstige indicatieve Horwitz waarden (1,41 – 1,64 – 2,15 – 2,34%), berekend voor analyses uitgevoerd op materialen onder dezelfde proefomstandigheden.

De limieten van herhaalbaarheid van de analytische methode voor de verzadigde, monoonverzadigde, polyonverzadigde en transvetzuren in speculaas bedraagt respectievelijk 1,93 – 1,60 – 0,50 en 0,59%.

**BESLUIT:**

De resultaten van het onderzoek tonen aan dat de gemiddelde waarden van de onderzochte vetzuren, bepaald in leverpastei en speculaas, meestal beduidend verschillend zijn van de waarden gepubliceerd in de NUBEL voedingsmiddelentabel.

Aangezien de relatieve herhaalbaarheid standaardafwijkingen op het vetgehalte, bepaald in leverpastei en speculaas, kleiner zijn dan de indicatieve waarde, berekend met de Horwitz vergelijking, kunnen we aannemen dat de analytische methode geschikt is om de vetzuren in diverse matrices te bepalen.

De limieten van herhaalbaarheid voor de bepaling van de vetzuren in leverpastei en speculaas zijn maximum 2%. Aangezien een variantie van 3% vetzuur als criterium voor homogeniteit is vooropgesteld kunnen we op basis van de berekende waarden voor de limieten van herhaalbaarheid stellen dat de vetzuren in de monsters leverpastei en speculaas homogeen verdeeld zijn.

- De statistische gegevens betreffende de test “**stabiliteit**” van **vetzuren in leverpastei** zijn samengevat in bijlage 2, tabel 6. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- **Verzadigd vetzuur**

- ❖ **Bewaring bij 2 – 5°C en geanalyseerd over een periode van 30 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in leverpastei bedraagt 39,11% met een standaardafwijking van 0,42%. De gemiddelde minimum en maximum gehalten verzadigd vetzuur bedragen respectievelijk  $38,40 \pm 0,25$  en  $39,81 \pm 0,42\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 1,07% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,30%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan verzadigd vetzuur bedraagt 39,81% (Dag 7) en het gemiddeld minimum gehalte 38,40%. (Dag 0) De maximale standaardafwijking van 0,90% verzadigd vetzuur onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De  $RSD_R$  waarden, berekend op het totaal gemiddeld en individuele gemiddelden liggen lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,30%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,18%) is kleiner dan de limiet herhaalbaarheid (1,51%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 21$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 12$ ).

- ❖ **Bewaard bij –18°C en geanalyseerd over een periode van 25 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in leverpastei bedraagt 38,70% met een standaardafwijking van 0,38%. De gemiddelde minimum en maximum gehalten verzadigd vetzuur bedragen respectievelijk  $38,28 \pm 0,17$  en  $39,64 \pm 0,38\%$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 0,98%. Het indicatief criterium van binnenreproduceerbaarheid, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz, is 2,31% en bijgevolg hoger dan de  $RSD_R$  waarde van de bekomen meetresultaten.

Per tijdstip (0, 1, 2, 4, 8, 6 en 25 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het maximum gehalte aan verzadigd vetzuur bedraagt 39,64% (Week 1) en het minimum gehalte 38,28% (Week 4). De maximale standaardafwijking van 0,80% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 8. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 2,08% en is duidelijk hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,54%. Voor de andere  $RSD_r$  waarden is aan het criterium van Horwitz betreffende herhaalbaarheid voldaan.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,06%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,51%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 21$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 12$ ).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,326 (2-5°C) en 0,224 (-18°C). De  $F$  - ratio is 2,15 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,75. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse. De stabiliteit van het gehalte verzadigd vetzuur in leverpastei in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 6 - 7)

- *Monoonverzadigd vetzuur*

- ❖ **Bewaring bij 2-5°C en geanalyseerd over een periode van 30 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan monoonverzadigd vetzuur in leverpastei bedraagt 44,50% met een standaardafwijking van 0,13%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 0,29% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,26%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan monoonverzadigd vetzuur bedraagt 44,74% (Dag 2) en het gemiddeld minimum gehalte 44,25% (Dag 14). De maximale standaardafwijking onder dezelfde proefomstandigheden is 0,63% en werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 1,41% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,51%.

Het gemiddeld minimum gehalte aan monoonverzadigd vetzuur van 44,25% werd gemeten op dag 14, terwijl het gemiddeld maximum gehalte van 44,74% werd gemeten op dag 2.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R (0,36%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,12%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid (N = 21) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid (N = 12).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 25 weken.**

Het gemiddeld gehalte monoonverzadigd vetzuur in leverpastaai bedraagt 44,47% met een standaardafwijking van 0,19%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) bedraagt 0,43% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,26%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 4, 8, 6 en 25 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan monoonverzadigd vetzuur bedraagt 44,75% (Week 4) en het minimum gehalte 44,14% (Week 8). De maximale standaardafwijking van 0,69% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 8. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 1,56% en is iets hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,51%. Het gemiddeld minimum gehalte aan monoonverzadigd vetzuur van 44,14% werd gemeten in week 8, terwijl het gemiddeld maximum gehalte van 44,75% werd gemeten in week 4.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R (0,53%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,12%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid (N = 21) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid (N = 12).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan monoonverzadigd vetzuur in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,029 (2-5°C) en 0,054 (-18°C). De F - ratio is 0,06 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,75. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte monoonverzadigd vetzuur in leverpastei in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 8 - 9)

▪ *Polygonverzadigd vetzuur*

❖ **Bewaring bij 2-5°C en geanalyseerd over een periode van 30 dagen**

Het gemiddeld gehalte aan polygonverzadigd vetzuur in leverpastei bedraagt 15,66% met een standaardafwijking van 0,41%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) van 2,62% is gelijk aan de  $RSD_R$  waarde van 2,64%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan polygonverzadigd vetzuur bedraagt 16,33% (Dag 21) en het gemiddeld minimum gehalte 14,98% (Dag 7). De maximale standaardafwijking onder dezelfde proefomstandigheden is 0,32% en werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 2,11% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,76%. De andere berekende  $RSD_R$  waarden liggen lager dan de indicatieve Horwitz waarde. Het gemiddeld minimum gehalte aan polygonverzadigd vetzuur van 14,98% werd gemeten op dag 7, terwijl het gemiddeld maximum gehalte aan polygonverzadigd vetzuur van 16,33% werd gemeten op dag 21.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid **R** (1,15%) is groter dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,53%).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 25 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan polygonverzadigd vetzuur in leverpastei bedraagt 16,10% met een standaardafwijking van 0,33%.

De relatieve binnen reproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) van 2,05% is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 2,63%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 4, 8, 6 en 25 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan polygonverzadigd vetzuur bedraagt 16,77% (Week 8) en het gemiddeld minimum gehalte 15,39% (Week 1). De maximale standaardafwijking van 0,21% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 8. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 1,25% en is lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,51%.

Het gemiddeld minimum gehalte aan polyonverzadigd vetzuur van 15,39% werd gemeten in week 2, terwijl het gemiddeld maximum gehalte aan polyonverzadigd vetzuur van 16,77% werd gemeten in week 8.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,92%) is groter dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,53%).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan polyonverzadigd vetzuur in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,306 (2-5°C) en 0,170 (-18°C). De  $F$  - ratio is 2,92 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,75. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte polyonverzadigd vetzuur in leverpastei in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 10 - 11)

- *Transvetzuren*

- ❖ **Bewaring tussen 2-5°C en geanalyseerd over een periode van 30 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan transvetzuren in leverpastei bedraagt 0,74% met een standaardafwijking van 0,01%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) van 1,35% is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde van 4,18%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 4, 7, 14, 21 en 30 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan transvetzuren bedraagt 0,77% (Dag 2) en het gemiddeld minimum gehalte 0,73% (Dagen 0, 21 en 30). De maximale standaardafwijking onder dezelfde proefomstandigheden is 0,04 en werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 5,19% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 4,18%. Voor de andere  $RSD_R$  waarden is aan het criterium van herhaalbaarheid van Horwitz voldaan.

Het gemiddeld minimum gehalte aan transvetzuur van 0,73 werd gemeten op dagen 0, 21 en 30, terwijl het gemiddeld maximum gehalte aan transvetzuur van 0,77% werd gemeten op dag 2.



De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,03%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,06%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 21$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 12$ ).

❖ **Bewaring bij  $-18^{\circ}\text{C}$  en geanalyseerd over een periode van 25 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan transvetzuren in leverpastei bedraagt 0,73% met een standaardafwijking en een relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $\text{RSD}_R$ ) van 0,00%. Aangezien er geen variantie is in de meetwaarden, werd er geen verdere statistische beoordeling uitgevoerd.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan transvetzuur in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,0002 ( $2-5^{\circ}\text{C}$ ) en 0,00001 ( $-18^{\circ}\text{C}$ ). De  $F$  - ratio is 4,27 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,75. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte transvetzuur in leverpastei in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 12 - 13)

**BESLUIT:**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijkingen berekend op basis van de meetresultaten bekomen met de analytische methode gebruikt voor de bepaling van verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in leverpastei, bewaard bij koelkast en diepvriestemperatuur, kleiner of gelijk zijn dan de indicatieve waarden berekend volgens Horwitz. De resultaten van deze stabiliteitstest bevestigen dat de toegepaste analytische methode geschikt is voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei.

De limieten van de binnenreproduceerbaarheid voor de resultaten van het vetgehalte in leverpastei, bewaard bij koelkast en diepvriestemperatuur, zijn kleiner dan 1,5% vetzuurgehalte wat de thesis van de homogeniteit van het vetzuurgehalte in leverpastei bevestigt.

De stabiliteit van de vetzuren in leverpastei onder verschillende bewaringsomstandigheden werd onderzocht op basis van de berekening van de halfwaardetijd. Figuren 6 en 13 tonen aan dat het gehalte verzadigd, mono-onverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur niet significant wijzigt in functie van de bewaartermijn.

Uit de one way ANOVA test blijkt dat de F-ratio berekend op de meetwaarden van het gehalte verzadigd, mono-onverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in leverpastei, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden, lager is dan de kritische  $F_{95}$  - ratio.

Het gehomogeniseerde monster leverpastei kan als referentiemateriaal voor interlaboratoriumonderzoek gebruikt worden als de materialen tijdens het vervoer en vóór het uitvoeren van de analyse bewaard worden in het temperatuurgebied dat onderzocht werd en binnen de 30 dagen worden geanalyseerd.

- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vetzuren in speculaas zijn samengevat in bijlage 2, tabel 7. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
  - *Verzadigd vetzuur*
    - ❖ **Bewaring bij 20-25°C en geanalyseerd over een periode van 4 weken.**  
Het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 69,34% met een standaardafwijking van 0,46%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 0,66% en lager dan de  $RSD_R$  waarde van 2,11%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 3 en 4 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan verzadigd vetzuur bedraagt 69,87% (week 3) en het gemiddeld minimum gehalte 68,48% (week 0). De maximale standaardafwijking van 0,48% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 1. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 0,69% en ligt duidelijk lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,41%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,29%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,93%).

Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring in een droogstoof bij 37°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 69,19% met een standaardafwijking van 0,37%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 0,53% en lager dan de  $RSD_R$  waarde 2,11%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 6, 9 en 14 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan verzadigd vetzuur bedraagt 69,50% (dag 14) en het gemiddeld minimum gehalte 68,48% (dag 0). De maximale standaardafwijking van 0,40% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 14. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 0,58% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,41%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,04%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,93%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 16 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 69,30% met een standaardafwijking van 0,52%.

De relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 0,75% en lager dan de  $RSD_R$  waarde van 2,11%, bepaald op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 3, 8 en 16 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan verzadigd vetzuur bedraagt 70,14% (Week 8) en het gemiddeld minimum gehalte 68,48% (Week 0). De maximale standaardafwijking van 0,33% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op weken 0, 1 en 8.

De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 0,47% en ligt duidelijk lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,41%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,46%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,93%).

Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan verzadigd vetzuur in de drie meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,273 (20-25°C), 0,179 (37°C) en 0,350 (-18°C). De F - ratio is 0,12 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 3,89. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte verzadigd vetzuur in speculaas in functie van de tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 14 - 16)

- *Monoonverzadigd vetzuur*

- ❖ **Bewaring bij 20-25°C en geanalyseerd over een periode van 4 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan monoonverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 24,20% met een standaardafwijking van 0,39%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,61% en lager dan de  $RSD_R$  waarde 2,48%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 3 en 4 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan monoonverzadigd vetzuur bedraagt 24,89% (week 0) en het gemiddeld minimum gehalte 23,66% (week 3). De maximale standaardafwijking van 0,39% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 1. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 1,60% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,65%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,09%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,60%).

Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring in een droogstoof bij 37°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan monoönverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 24,42% met een standaardafwijking van 0,26%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,06% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde van 2,47% berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 6, 9 en 14 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan monoönverzadigd vetzuur bedraagt 24,89% (dag 0) en het gemiddeld minimum gehalte 24,14% (dag 14). De maximale standaardafwijking van 0,32% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 14. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 1,33% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,65%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,73%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,60%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 16 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan monoönverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 24,15% met een standaardafwijking van 0,43%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,78% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 2,48%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 3, 8 en 16 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan monoönverzadigd vetzuur bedraagt 24,89% (week 0) en het gemiddeld minimum gehalte 23,56% (week 8).

De maximale standaardafwijking van 0,27% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op weken 0 en 8.

De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 1,08% en ligt duidelijk lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 1,65%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (1,20%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (1,60%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan mono-onverzadigd vetzuur in de drie meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,201 (20-25°C), 0,089 (37°C) en 0,245 (-18°C). De  $F$  - ratio is 0,60 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 3,89. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte mono-onverzadigd vetzuur in speculaas in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 17 - 19)

- *Polygonverzadigd vetzuur*

- ❖ **Bewaring bij 20-25°C en geanalyseerd over een periode van 4 weken.**

- Het gemiddeld gehalte aan polygonverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 4,05% met een standaardafwijking van 0,03%;

- De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 0,74% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,24%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

- Per tijdstip (0, 1, 2, 3 en 4 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan polygonverzadigd vetzuur bedraagt 4,24% (week 0) en het gemiddeld minimum gehalte 3,99% (week 4). De maximale standaardafwijking van 0,10% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op weken 2 en 3.

- De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 2,51% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,16%. De andere  $RSD_R$  waarden liggen lager dan de indicatieve Horwitz waarde.

- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,08%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,50%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring in een droogstoof bij 37°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan polyonverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 4,02% met een standaardafwijking van 0,11%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,74% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,24%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 6, 9 en 14 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan polyonverzadigd vetzuur bedraagt 4,24% (dag 0) en het gemiddeld minimum gehalte 3,92% (dag 6). De maximale standaardafwijking van 0,11% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 9. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 2,74% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,16.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,31%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,50%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 16 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan polyonverzadigd vetzuur in speculaas bedraagt 4,14% met een standaardafwijking van 0,12%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,90% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,24%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 3, 8 en 16 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan polyonverzadigd vetzuur bedraagt 4,30% (Week 16) en het gemiddeld minimum gehalte 3,95% (Week 8).

De maximale standaardafwijking van 0,10% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 1. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 2,43% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,15%. De andere  $RSD_R$  waarden liggen lager dan de indicatieve Horwitz waarde.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,34%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,50%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan polyonverzadigd vetzuur in de drie meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,009 (20-25°C), 0,016 (37°C) en 0,018 (-18°C). De  $F$  - ratio is 1,23 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 3,89. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte polyonverzadigd vetzuur in speculaas in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 20 - 22)

- *Transvetzuren*

- ❖ **Bewaring bij 20-25°C en geanalyseerd over een periode van 4 weken.**

- Het gemiddeld gehalte aan transvetzuren in speculaas bedraagt 2,38% met een standaardafwijking van 0,04%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,68% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,51%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 3 en 4 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan transvetzuren bedraagt 2,43% (week 0) en het gemiddeld minimum gehalte 2,31% (week 1). De maximale standaardafwijking van 0,10% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 1. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 4,33% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,34%. De andere  $RSD_R$  waarden liggen lager dan de indicatieve Horwitz waarde.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,11%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,59%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).



❖ **Bewaring in een droogstoof bij 37°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen.**

Het gemiddeld gehalte aan transvetzuren in speculaas bedraagt 2,37% met een standaardafwijking van 0,05%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,11% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,51%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 2, 6, 9 en 14 dagen) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan transvetzuren bedraagt 2,42% (dag 14) en het gemiddeld minimum gehalte 2,28% (dag 9). De maximale standaardafwijking van 0,10% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 9. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 4,39% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,34.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,14%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,59%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 16 weken.**

Het gemiddeld gehalte aan transvetzuren in speculaas bedraagt 2,40% met een standaardafwijking van 0,03%.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,25% en is lager dan de  $RSD_R$  waarde 3,51%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 3, 8 en 16 weken) werden drie analyses uitgevoerd. Het gemiddeld maximum gehalte aan transvetzuren bedraagt 2,44% (week 16) en het gemiddeld minimum gehalte 2,35% (week 8).

De maximale standaardafwijking van 0,05% onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op week 1. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 2,08% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 2,15%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  (0,08%) is kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid (0,59%). Een mogelijke verklaring voor dit onverwacht resultaat is dat de binnenreproduceerbaarheid ( $N = 15$ ) werd berekend op een groter aantal analyses dan de herhaalbaarheid ( $N = 6$ ).

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte aan transvetzuur in de drie meetreeksen werden, in functie van de bewaringsomstandigheden en het tijdstip van analyse, werden onderzocht met de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,002 (20-25°C), 0,003 (37°C) en 0,001 (-18°C). De F - ratio is 0,65 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 3,89. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie in de meetresultaten te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte transvetzuur in speculaas in functie van het tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 23 - 25)

#### **BESLUIT:**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijkingen berekend op basis van de meetresultaten bekomen met de analytische methode gebruikt voor de bepaling van verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in speculaas, bewaard bij 37°C, kamer en diepvriestemperatuur, kleiner zijn dan de indicatieve waarden berekend volgens Horwitz. De resultaten van deze stabiliteitstest bevestigen dat de toegepaste analytische methode geschikt is voor de bepaling van het gehalte verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in speculaas.

De limieten van de binnenreproduceerbaarheid voor de resultaten van het gehalte verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in speculaas, bewaard bij 37°C, kamer en diepvriestemperatuur, zijn kleiner dan 1,5% vetzuurgehalte wat de thesis van de homogeniteit van het vetzuurgehalte in leverpastei bevestigt.

De stabiliteit van de vetzuren in speculaas onder verschillende bewaringsomstandigheden werd onderzocht op basis van de berekening van de halfwaardetijd. Figuren 14 - 25 tonen aan dat het gehalte verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur niet significant wijzigt in functie van de bewaartermijn.

Uit de one way ANOVA test blijkt dat de F-ratio berekend op de meetwaarden van het gehalte verzadigd, monoonverzadigd, polyonverzadigd en transvetzuur in speculaas, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden, lager is dan de kritische  $F_{95}$  - ratio.

Het gehomogeniseerde monster speculaas kan als referentiemateriaal voor interlaboratoriumonderzoek gebruikt worden als de materialen tijdens het vervoer en vóór het uitvoeren van de analyse bewaard worden in het temperatuurgebied dat onderzocht werd en binnen de 14 dagen worden geanalyseerd.

### **3.1.3 Vitaminen**

De testen voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van de vitaminen A, B1 en B2 in eetwaren werd uitgevoerd door de Vakgroep Levensmiddelentechnologie en Voeding van de Faculteit Landbouwkundige en Toegepaste Biologische Wetenschappen van de Universiteit Gent, onder de leiding van Prof. A. Huyghebaert. Als eetwaren werd geopteerd voor leverpastei, volkorenbloem en drinkyoghurt.

Ten einde de variantie van de te onderzoeken nutriënten minimaal te houden, werd geopteerd om de analyses uit te voeren op monsters van hetzelfde lot, bemonsterd zo kort mogelijk na de productie. Aangezien de bewaaromstandigheden een belangrijke rol spelen met betrekking tot de stabiliteit van de nutriënten, werd de temperatuur bij het transport en de opslag van de monsters in het laboratorium gemeten en geregistreerd op het formulier voor bemonstering. Ten einde vermelde parameters zo goed mogelijk te beheersen werd bij de monsterneming zo intens mogelijk samengewerkt met de producenten.

De monsters leverpastei werden genomen bij het bedrijf Mortier N.V. te Veurne. Individuele porties van circa 100 g, vacuüm verpakt in plastic folie, werden bemonsterd om de homogeniteit- en stabiliteitstesten uit te voeren. De monsters yoghurtdrink werden genomen bij de firma Comelco N.V. te Sleidinge. Het waren commerciële verpakkingen, type Tetra-Brik, of plastic flesjes met een minimum inhoud van 50 g. Tenslotte werden de monsters volkorenbloem genomen bij de firma De Molens van Deinze en Antwerpen te Deinze. Het waren individuele porties van 50 g, verpakt in gesloten plastic zakjes.

Om verschillen in afbraak van de vitaminen te voorkomen werden maximale voorzorgen genomen om de verschillen in temperatuur en blootstelling aan het licht tussen de onderscheiden verpakkingen te beperken. Desbetreffend werden de monsters leverpastei en yoghurtdrink, na bemonstering, onmiddellijk overgebracht in koelboxen, voorzien van de nodige koelelementen zodanig dat een uniforme temperatuur in de koelbox wordt bekomen en behouden. De monsters werden aan het laboratorium overgemaakt vooraleer de koelelementen volledig ontdooid waren.

Voor de analyse van vitamine A in leverpastei werden de monsters verwijderd van bruinebakken randen en versiering. Om een homogeen staal te bekomen werd de pastei gedurende 10 minuten gemengd in een keukenrobot.

Na het mengen werd de leverpastei verdeeld over tien steriele potjes met een inhoud van ongeveer 60 gram. De analyse van vitamine A werd uitgevoerd met behulp van de techniek Hoge Druk Vloeistofchromatografie – Ultraviolet (HPLC – UV) spectroscopie. De methode is ontwikkeld en gevalideerd in het laboratorium en gedetailleerd beschreven in een procedure.

Voor de analyse van vitamine B1 in volkorenbloem werd willekeurig 10 maal een hoeveelheid bloem genomen waarvan het gehalte vitamine B1 werd bepaald met behulp van de techniek Hoge Druk Vloeistofchromatografie – Fluorimetrie. De methode is ontwikkeld en gevalideerd in het laboratorium en gedetailleerd beschreven in een procedure. Om een betere homogenisering van het monster te krijgen, werd een hoeveelheid bloem gedurende 20 minuten gemengd op een poedermenger. Na het mengen werd ongeveer 60 gram afgewogen in plastic zakjes die afgesloten en opgeslagen werden tot op het ogenblik van de analyse.

Voor de analyse van vitamine B2 in yoghurt drank werd gebruik gemaakt van individuele flesjes Yazoo met vruchtensap. Voor de homogeniteit werd geen extra behandeling uitgevoerd aangezien we ervan uitgingen dat monsters behorende tot hetzelfde lot homogeen zijn. Voor de bepaling van vitamine B2 werd dezelfde analysetechniek als voor vitamine B1 gebruikt. Als extra bepalingen werd wel een bepaling van de droge stof en as uitgevoerd.

Tijdens het analytisch proces werd door het laboratorium bijzondere aandacht besteed aan de opvolging van de standaardwerkwijzen met betrekking tot de uitvoering van de analyse, het gebruik, onderhoud en kalibratie van toestellen en de identificatie en opslag van producten.

- De statistische gegevens betreffende de “homogeniteitstest” van vitamine B1 in volkorenbloem, vitamine B2 in yoghurt drank en van vitamine A in leverpastei, zijn samengevat in bijlage 2, tabel 8. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem **vóór mengen**, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 400,3 µg/100g met een standaardafwijking van 45,8 µg/100g. In de voedingsmiddelentabel NUBEL, versie 3, zijn geen gegevens voor volkorenbloem opgetekend.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 11,4% en is groter dan de  $RSD_R$  waarde 8,7%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 128,2 µg/100g.

- Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem **na mengen**, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 573,0 µg/100g met een standaardafwijking van 27,0 µg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,7% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 8,7%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De  $RSD_R$  waarde van de analyseresultaten voor vitamine B1 in volkorenbloem vóór mengen is groter dan deze na mengen van volkorenbloem. Alleen de  $RSD_R$  waarde, bekomen voor het gehalte vitamine B1 in volkorenbloem na mengen, ligt lager dan de  $RSD_R$  waarde berekend volgens Horwitz.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  bedraagt 75,7  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

- Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in yoghurtdrink, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 144,7  $\mu\text{g}/100\text{g}$  met een standaardafwijking van 4,8  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . Het gemiddeld vitamine B2 gehalte in yoghurtdrink, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 140  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,3% en is kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 10,1%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  bedraagt 13,3  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

- Het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpastei, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 5600  $\mu\text{g}/100\text{g}$  met een standaardafwijking van 338  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . Het gehalte vitamine A, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelen tabel, versie 3, bedraagt 2196  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 6,0% en is praktisch gelijk aan de  $RSD_R$  waarde 5,8%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  bedraagt 946  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

#### **BESLUIT:**

**De resultaten van het onderzoek tonen aan dat het gemiddelde gehalte vitamine B1 in volkorenbloem significant verschillend is vóór en na mengen en dat het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpastei in het geanalyseerde monster beduidend hoger is dan de gemiddelde waarde gepubliceerd in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3.**

Er aan de criteria van relatieve herhaalbaarheid standaard afwijking volgens Horwitz voldaan is voor vitamine B1 in volkorenbloem na mengen, voor vitamine B2 in Drinkyoghurt en voor vitamine A in leverpastei.

Dit is niet het geval voor vitamine B1 in volkorenbloem vóór mengen. Dit betekent dat de analyse van vitamine B1 op volkorenbloem alleen kan gebeuren na zorgvuldig mengen.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  het kleinst is voor de bepaling van vitamine B2 in yoghurtdrink en het grootst voor de bepaling van vitamine A in leverpastei. Alhoewel de limieten van herhaalbaarheid hoger liggen dan het criterium voor homogeniteit van 3%, toch beschouwen we de verdeling van de vitaminen B1, B2 en A in de diverse matrices als homogeen aangezien er aan de criteria van Horwitz is voldaan. Het is echter aangewezen om verder onderzoek uit te voeren met betrekking tot de bepaling van vitaminen in eetwaren ten einde de validatie criteria herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid te verbeteren.

- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vitamine B1 in volkorenbloem is samengevat in bijlage 2, tabel 9. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

❖ **Bewaring bij 20-25°C en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**

Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem bedraagt 720  $\mu\text{g}/100\text{g}$  met een standaardafwijking van 85  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $\text{RSD}_R$ ) is 11,9% en gelijk aan de  $\text{RSD}_R$  waarde 11,9%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine B1 bedragen respectievelijk 870  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 1) en 646  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 30). De maximale standaardafwijking van 122  $\mu\text{g}/100\text{g}$  onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 1. De hieruit berekende  $\text{RSD}_r$  bedraagt 14,0% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 7,7%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 238  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

❖ **Bewaring in een koelkast bij 2 - 5°C en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**

Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem bedraagt 699 µg/100g met een standaardafwijking van 67 µg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 9,6% en kleiner aan de  $RSD_R$  waarde 11,9%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine B1 bedragen respectievelijk 765 µg/100g (dag 1) en 623 µg/100g (dag 7).

De maximale standaardafwijking van 80 µg/100g onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 7. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 12,4% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 12,1%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 188 µg/100g.

❖ **Bewaring bij -18°C en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**

Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem bedraagt 655 µg/100g met een standaardafwijking van 72 µg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 11,0% en kleiner aan de  $RSD_R$  waarde 11,9%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine B1 bedragen 743 µg/100g (dag 14) en 602 µg/100g (dag 2). De maximale standaardafwijking van 94 µg/100g onder dezelfde omstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 14. De hieruit berekende  $RSD_R$  bedraagt 12,7% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 11,8%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 202 µg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte vitamine B1 in de drie meetreeksen werden, in functie van de bewaringstemperatuur en tijdstip van analyse, onderzocht met behulp van de ANOVA test.

De variantie op de resultaten van de drie meetreeksen is respectievelijk 5585 (20-25°C), 3229 (2-5°C) en 3436 (-18°C). De F - ratio is 1,25 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 3,55. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte vitamine B1 in volkorenbloem in functie van de tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 26 - 28)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van vitamine B1 in volkorenbloem, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden en geanalyseerd op verschillende tijdstippen, toont aan dat:**

- **Er een dalende trend is van het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem in functie van dalende temperatuur waaronder de monsters volkorenbloem worden bewaard;**
  - **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter limiet van de binnenreproduceerbaarheid aan het criterium van Horwitz voldoet.**
  - **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid het kleinst (188 µg/100g) is voor de bepaling van vitamine B1 in volkorenbloem welke bewaard wordt bij koelkasttemperatuur en het hoogst (238 µg/100g) in volkorenbloem bewaard bij kamertemperatuur.**
  - **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is waarbij de meetresultaten van de monsters, bewaard onder verschillende temperaturomstandigheden, niet significant verschillen van deze bekomen op verschillende tijdstippen van analyse.**
  - **Het gehalte van vitamine B1 in volkorenbloem op basis van de berekende halfwaarde tijd minimum 400 dagen stabiel blijft. (Figuren 26-28)**
- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vitamine B2 in drankyoghurt Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in Drinkyoghurt is samengevat in bijlage 2, tabel 10. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
- ❖ **Bewaring in een koelkast bij 2 - 5°C en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**
- Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in yoghurtdrink bedraagt 143,2 µg/100g met een standaardafwijking van 9,4 µg/100g.



De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 6,6% en kleiner aan de  $RSD_R$  waarde 15,1%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine B2 bedragen respectievelijk 162,6  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 14) en 133,7  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 90). De maximale standaardafwijking van 3,7  $\mu\text{g}/100\text{g}$  onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 14. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 2,3% en ligt duidelijk lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 14,9%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R bedraagt 26,2  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

❖ **Bewaring bij  $-18^\circ\text{C}$  en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**

Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in Drinkyoghurt bedraagt 141,6  $\mu\text{g}/100\text{g}$  met een standaardafwijking van 6,8  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,8% en kleiner aan de  $RSD_R$  waarde 15,1%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine B2 bedragen respectievelijk 153,4  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 14) en 133,1  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 90). De maximale standaardafwijking van 3,0  $\mu\text{g}/100\text{g}$  onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 2. De hieruit berekende  $RSD_r$  bedraagt 2,2% en ligt lager dan de indicatieve Horwitz waarde van 15,1%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R bedraagt 19,0  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte vitamine B2 in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringstemperatuur en tijdstip van analyse, onderzocht met behulp van de ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 84,9 ( $2-5^\circ\text{C}$ ) en 45,2 ( $-18^\circ\text{C}$ ). De F-ratio is 0,14 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$ -ratio 4,75. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte vitamine B2 in yoghurt drank in functie van de tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 29-30)

## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van vitamine B2 in yoghurt drank, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden en geanalyseerd op verschillende tijdstippen, toont aan dat:

- Er een gering verschil is tussen de gemiddelde gehalten vitamine B2 in yoghurt drank, bewaard bij koelkast- en diepvriestemperatuur;
  - De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter limiet van de binnenreproduceerbaarheid aan het criterium van Horwitz voldoet.;
  - De limiet van de binnenreproduceerbaarheid het kleinst (19 µg/100g) is voor de bepaling van vitamine B2 in yoghurt drank bewaard bij diepvriestemperatuur;
  - De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is waarbij de meetresultaten van de monsters, bewaard onder verschillende temperaturomstandigheden, niet significant verschillen van deze bekomen op verschillende tijdstippen van analyse.
  - Het gehalte van vitamine B2 in yoghurt drank op basis van de berekende halfwaarde tijd minimum 90 dagen stabiel blijft. (Figuren 29-30)
- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van vitamine A in leverpasta is samengevat in bijlage 2, tabel 11. Er werd van het voorgeschreven patroon lichtjes afgeweken met betrekking tot de tijdstippen waarop de analyses moesten worden uitgevoerd. Voor de monsters bewaard in de koelkast werden analyses uitgevoerd binnen de 14 dagen; voor de monsters bewaard in de diepvriezer werden geen analyses uitgevoerd op dag 1. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
    - ❖ **Bewaring in een koelkast bij 2 - 5°C en geanalyseerd over een periode van 14 dagen.**

Het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpasta bedraagt 5889 µg/100g met een standaardafwijking van 332 µg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 5,6% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 8,6%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7 en 14 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine A bedragen respectievelijk 6064 µg/100g (dag 0) en 5636 µg/100 g (dag 14).

De maximale standaardafwijking van 597  $\mu\text{g}/100\text{g}$  onder dezelfde proefomstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 14. De hieruit berekende RSD, bedraagt 10,6% en ligt duidelijk hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 8,7%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R bedraagt 930  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

❖ **Bewaring bij  $-18^{\circ}\text{C}$  en geanalyseerd over een periode van 3 maanden.**

Het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpasta bedraagt 5762  $\mu\text{g}/100\text{g}$  met een standaardafwijking van 628  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $\text{RSD}_R$ ) is 10,9% en groter dan de  $\text{RSD}_R$  waarde 8,7%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

Per tijdstip (0, 1, 2, 7, 14, 30 en 90 dagen) werden principieel drie analyses uitgevoerd. De gemiddelde maximum en minimum gehalten vitamine A bedragen respectievelijk 6271  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 90) en 5289  $\mu\text{g}/100\text{g}$  (dag 7).

De maximale standaardafwijking van 964  $\mu\text{g}/100\text{g}$  onder dezelfde omstandigheden werd bekomen voor de analyse uitgevoerd op dag 90. De hieruit berekende RSD, bedraagt 15,4% en ligt hoger dan de indicatieve Horwitz waarde van 8,6%.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R bedraagt 1758  $\mu\text{g}/100\text{g}$ .

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte vitamine A in de twee meetreeksen werden, in functie van de bewaringstemperatuur en tijdstip van analyse, onderzocht met behulp van de ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 28516 ( $2-5^{\circ}\text{C}$ ) en 125246 ( $-18^{\circ}\text{C}$ ). De F - ratio is 0,54 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 5,12. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden waarbij kan gesteld worden dat de variantie te wijten aan de bewaringsomstandigheden niet significant verschillend is van de variantie te wijten aan het tijdstip van analyse.

De stabiliteit van het gehalte vitamine A in leverpasta in functie van de tijd werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 31-32)

### **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van vitamine A in leverpastei, bewaard onder verschillende temperatuursomstandigheden en geanalyseerd op verschillende tijdstippen, toont aan dat:

- Er een verschil van ca. 10% is tussen de gemiddelde gehalten vitamine A in leverpastei, bewaard bij koelkast- en diepvriestemperatuur;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  alleen aan het criterium van Horwitz voldoet voor de monsters bewaard bij koelkasttemperatuur;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid het kleinst (930  $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) is voor de bepaling van vitamine A in leverpastei bewaard bij koelkasttemperatuur;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is waarbij de meetresultaten van de monsters, bewaard onder verschillende temperaturomstandigheden, niet significant verschillen van deze bekomen op verschillende tijdstippen van analyse.
- Het gehalte van vitamine A in yoghurtdrink op basis van de berekende halfwaarde tijd minimum 90 dagen stabiel blijft. (Figuren 31-32)

#### **3.1.4 Mineralen**

De testen voor de bepaling van de homogeniteit en stabiliteit van de mineralen Calcium (Ca), Magnesium (Mg), Natrium (Na), Kalium (K) en Zink (Zn) in eetwaren werd uitgevoerd door het Laboratorium voor Bromatologie van de Universiteit Antwerpen onder de leiding van Prof. H. Deelstra. Als representatieve monsters werd gekozen voor spinazie (gehakt, diepvries), yoghurt/mager en volkorenbloem als vertegenwoordiger uit respectievelijk groenten, zuivel- en graanproducten.

De voedingswaren werden aangekocht in een plaatselijk grootwarenhuis. Bij de aankomst in het laboratorium werden de monsters onmiddellijk gehomogeniseerd. Na homogeniseren werd een deel van het monster bewaard bij kamer- en diepvriestemperatuur. Het andere deel van het monster werd gelyofiliseerd. Op alle deelmonsters werd de homogeniteit- en stabiliteitstest uitgevoerd.

De homogeniteitstest op het vers gehomogeniseerd materiaal werd uitgevoerd door 10 fracties te destrueren en te analyseren. Van hetzelfde vers gehomogeniseerd materiaal werden vervolgens 8 potjes gevuld om de stabiliteitstest uit te voeren. Deze potjes werden bij kamertemperatuur of diepgevroren bewaard en op vooraf bepaalde tijdstippen geanalyseerd. De stabiliteitstesten werden uitgevoerd over een periode van 12 weken.

De homogeniteit- en stabiliteitstesten werden op dezelfde wijze uitgevoerd op het gelyofiliseerde materiaal. Tijdens de stabiliteitstesten werd het gelyofiliseerde materiaal onder vacuüm bewaard bij kamertemperatuur.

Tijdens het analytisch proces werd door het laboratorium bijzondere aandacht besteed om standaardwerkwijzen voor monstervoorbereiding, opslag van monsters, analysemethoden en bijzondere procedures te optimaliseren en te corrigeren waar nodig. Het gebruik, het onderhoud en de kalibratie van alle toestellen werd volgens procedures uitgevoerd en onmiddellijk traceerbaar gedocumenteerd. De producten, gebruikt in het analyseproces, werden op correcte wijze geïdentificeerd, opgeslagen en geregistreerd.

- De statistische gegevens betreffende de "homogeniteitstest" van mineralen in spinazie zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 12 en 13. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- **Magnesium**

- ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 48,57 mg/100g met een standaardafwijking van 3,53 mg/100g. De gemiddelde waarde voor magnesium in spinazie, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 48 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 7,27% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,21%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte magnesium in verse spinazie bedragen respectievelijk 47,33 – 43,94 en 54,09 mg/100 g.

De limiet van de herhaalbaarheid  $r$  is 9,88 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 42,31 mg/100g met een standaardafwijking van 1,15 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,72% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,30%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie bedragen respectievelijk 42,55 – 40,48 en 44,31 mg/100 g.

De limiet van de herhaalbaarheid  $r$  is 3,22 mg/100g en beduidend kleiner dan de limiet van de herhaalbaarheid berekend voor magnesium op verse spinazie.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte magnesium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters de aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 12,48 (verse spinazie) en 1,32 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 28,41 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van magnesium in spinazie toont aan dat:**

- **Er een significant verschil is tussen het gehalte magnesium bepaald in verse en gelyofiliseerde spinazie. Het gemiddeld gehalte magnesium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **Er aan de criterium van relatieve herhaalbaarheid standaardafwijking volgens Horwitz is voldaan voor de bepaling van Mg in gelyofiliseerde spinazie, maar niet in verse spinazie;**
- **De limiet van herhaalbaarheid voor Mg in gelyofiliseerde spinazie driemaal beter is dan in verse spinazie;**
- **Mg in verse spinazie minder homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde spinazie.**

### **▪ Calcium**

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 133,29 mg/100g met een standaardafwijking van 10,68 mg/100g. De gemiddelde waarde voor calcium in spinazie, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 125 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 8,01% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 3,62%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte calcium in verse spinazie bedragen respectievelijk 135,81 – 113,37 en 147,09 mg/100 g.

De limiet van de herhaalbaarheid  $r$  is 29,90 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 116,44 mg/100g met een standaardafwijking van 3,16 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,71% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 3,69%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie bedragen respectievelijk 116,52 – 111,33 en 120,86 mg/100 g.

De limiet van de herhaalbaarheid  $r$  is 8,85 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte calcium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 114,05 (verse spinazie) en 10,01 (gelyofiliseerde spinazie). De F - ratio is 22,86 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van calcium in spinazie toont aan dat:**

- **Er een significant verschil is tussen het gehalte calcium bepaald in verse en in gelyofiliseerde spinazie. Het gemiddeld gehalte calcium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **Er aan het criterium van relatieve herhaalbaarheid standaardafwijking volgens Horwitz niet voldaan is voor de geanalyseerde verse spinazie, maar wel voor de gelyofiliseerde spinazie;**
- **Het criterium van herhaalbaarheid in gelyofiliseerde spinazie driemaal beter is dan in verse spinazie;**
- **Ca in verse spinazie minder homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde spinazie.**

▪ **Kalium**

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 387,02 mg/100g met een standaardafwijking van 20,62 mg/100g. De gemiddelde waarde voor kalium in spinazie, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 400 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 5,33% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 3,08%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte kalium in verse spinazie bedragen respectievelijk 383,16 – 355,76 en 419,09 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 57,74 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 294,39 mg/100g met een standaardafwijking van 7,66 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,60% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 3,21%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte kalium in gelyofiliseerde spinazie bedragen respectievelijk 293,47 – 283,77 en 306,29 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 21,45 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte kalium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 425,19 (verse spinazie) en 58,66 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 177,33 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.



## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van kalium in spinazie toont aan dat:

- Er een significant verschil is tussen het gehalte kalium bepaald in verse en in gelyofiliseerde spinazie. Het gemiddeld gehalte kalium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
- Er aan het criterium van herhaalbaarheid volgens Horwitz niet voldaan is voor de bepaling van kalium in verse spinazie, maar wel in de gelyofiliseerde spinazie;
- Het criterium van herhaalbaarheid in gelyofiliseerde spinazie bijna driemaal beter is dan in verse spinazie;
- K in verse spinazie minder homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde spinazie.

### ▪ *Natrium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 22,95 mg/100g met een standaardafwijking van 0,42 mg/100g. De gemiddelde waarde voor natrium in spinazie, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 25 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,83% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 3,21%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte natrium in verse spinazie bedragen respectievelijk 22,87 – 22,23 en 23,79 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 1,18 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 20,05 mg/100g met een standaardafwijking van 0,69 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,44% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 4,81%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte natrium in gelyofiliseerde spinazie bedragen respectievelijk 20,30 – 18,75 en 20,96 mg/100g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 1,93 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte natrium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,18 (verse spinazie) en 0,48 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 127,41 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van natrium in spinazie toont aan dat:**

- **Er een significant verschil is tussen het gehalte natrium bepaald in verse en in gelyofiliseerde spinazie. Het gemiddeld gehalte natrium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **Er aan het criterium van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de meetresultaten van natrium in verse als in gelyofiliseerde spinazie;**
- **Het criterium van herhaalbaarheid in verse spinazie bijna tweemaal beter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **Na in verse spinazie meer homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde spinazie.**

#### **▪ Zink**

- ❖ **Het gemiddeld gehalte zink in verse spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,606 mg/100g met een standaardafwijking van 0,039 mg/100g. De gemiddelde waarde voor zink in spinazie, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 0,800 mg/100g. Deze is hoger dan deze bepaald in de analysemonsters.**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 6,44% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 8,14%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte zink in verse spinazie bedragen respectievelijk 0,604 – 0,533 en 0,659 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,11 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,553 mg/100g met een standaardafwijking van 0,017 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,07% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 8,25%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde en het minimum en maximum gehalte zink in gelyofiliseerde spinazie bedragen respectievelijk 0,555 – 0,528 en 0,578 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,048 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte zink in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,0015 (verse spinazie) en 0,0003 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 15,18 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

#### **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van zink in spinazie toont aan dat:

- Er een significant verschil is tussen het gehalte zink bepaald in verse en in gelyofiliseerde spinazie. Het gemiddeld gehalte zink in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
- Er aan de criteria van herhaalbaarheid volgens Horwitz voldaan is, zowel voor de geanalyseerde verse spinazie als voor de gelyofiliseerde spinazie;
- Het criterium van herhaalbaarheid in gelyofiliseerde spinazie tweemaal beter is dan in verse spinazie;
- Zn in gelyofiliseerde spinazie meer homogeen verdeeld is dan in verse spinazie.

- De statistische gegevens betreffende de "homogeniteitstest" van mineralen in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 14 en 15. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

- *Magnesium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 15,55 mg/100g met een standaardafwijking van 0,46 mg/100g. De gemiddelde waarde voor magnesium in magere yoghurt, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 14 mg/100g. Deze is lager dan deze bepaald in de analysemonsters.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,96% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 7,46%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 15,76 – 14,70 en 16,29 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 1,29 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 12,76 mg/100g met een standaardafwijking van 0,37 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,90% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 7,73%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 12,69 – 12,28 en 13,40 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,10 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte magnesium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test.

De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,198 (verse magere yoghurt) en 0,140 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 230,72 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van magnesium in magere yoghurt toont aan dat:

- Er een significant verschil is tussen het gehalte magnesium bepaald in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt. Het gemiddeld gehalte magnesium in verse magere yoghurt groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;
- Er aan het criterium van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de meetresultaten van magnesium in verse als in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- Het criterium van herhaalbaarheid voor de bepaling van magnesium in gelyofiliseerde magere yoghurt tienmaal beter is dan in verse magere yoghurt;
- Mg in verse magere yoghurt minder homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt.

### ▪ **Calcium**

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 160,01 mg/100g met een standaardafwijking van 5,61 mg/100g. De gemiddelde waarde voor calcium in magere yoghurt, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 139 mg/100g. Deze is lager dan deze bepaald in de analysemonsters.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,51% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,28%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 158,38 – 155,32 en 173,45 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 15,71 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 142,55 mg/100g met een standaardafwijking van 4,16 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,92% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,35%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 141,93 – 138,26 en 152,22 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 11,65 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte calcium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 31,51 (verse magere yoghurt) en 17,30 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 62,46 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van calcium in magere yoghurt toont aan dat:**

- Er een significant verschil is tussen het gehalte calcium bepaald in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt. Het gemiddeld gehalte calcium in verse magere yoghurt groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;
- Er aan het criterium van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de meetresultaten van calcium in verse als in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- De limiet van herhaalbaarheid voor de bepaling van calcium in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt praktisch dezelfde is;
- Ca in gelyofiliseerde magere yoghurt homogener verdeeld is dan in verse mager yoghurt.

#### ▪ *Kalium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 231,73 mg/100g met een standaardafwijking van 9,93 mg/100g. De gemiddelde waarde voor kalium in magere yoghurt, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 205 mg/100g. Deze is lager dan deze bepaald in de analysemonsters.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,29% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 4,99%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 229,62 – 217,16 en 246,96 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 27,80 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 163,66 mg/100g met een standaardafwijking van 4,75 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,90% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,24%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 163,73 – 155,72 en 171,03 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 13,30 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte kalium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 98,62 (verse magere yoghurt) en 22,58 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 382,35 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van kalium in magere yoghurt toont aan dat:**

- Er een significant verschil is tussen het gehalte kalium bepaald in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt. Het gemiddeld gehalte kalium in verse magere yoghurt groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;
- Er aan de criteria van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de bepaling van kalium in verse als in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- De limiet van herhaalbaarheid voor de bepaling van kalium in verse magere yoghurt het dubbel is als deze in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- Kalium in verse magere yoghurt minder homogeen verdeeld is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt.

▪ *Natrium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 66,26 mg/100g met een standaardafwijking van 3,03 mg/100g. De gemiddelde waarde voor natrium in magere yoghurt, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 56 mg/100g. Deze is lager dan deze bepaald in de analysemonsters.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,64% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 6,02%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 65,59 – 62,82 en 70,90 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 8,48 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 60,52 mg/100g met een standaardafwijking van 2,60 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,30% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 6,11%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 60,49 – 56,54 en 65,03 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 7,28 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte natrium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 9,16 (verse magere yoghurt) en 6,77 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 20,67 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.



## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van natrium in magere yoghurt toont aan dat:

- Er een significant verschil is tussen het gehalte natrium bepaald in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt. Het gemiddeld gehalte natrium in verse magere yoghurt groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;
- Er aan de criteria van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de meetresultaten van verse als van gelyofiliseerde magere yoghurt;
- De limiet van herhaalbaarheid voor de bepaling van natrium in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt praktisch dezelfde is;
- De homogene verdeling van Na in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt praktisch dezelfde is.

### ▪ *Zink*

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,479 mg/100g met een standaardafwijking van 0,048 mg/100g. De gemiddelde waarde voor zink in magere yoghurt, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 0,6 mg/100g. Deze is hoger dan deze bepaald in de analysemonsters.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 10,02% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 12,64%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,472 – 0,434 en 0,606 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,134 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,446 mg/100g met een standaardafwijking van 0,007 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 1,57% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 12,82%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,447 – 0,436 en 0,458 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,020 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte zink in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,002 (verse magere yoghurt) en 0,00005 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 4,50 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,41. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

### **BESLUIT :**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van zink in magere yoghurt toont aan dat:**

- **Er geen significant verschil is tussen het gehalte zink bepaald in verse en in gelyofiliseerde magere yoghurt. De gemiddelde gehalten zink in verse magere yoghurt en in gelyofiliseerde magere yoghurt zijn praktisch gelijk;**
  - **Er aan de criteria van herhaalbaarheid volgens Horwitz is voldaan, zowel voor de meetresultaten van verse als van gelyofiliseerde magere yoghurt;**
  - **De limiet van herhaalbaarheid voor de bepaling van zink in verse magere yoghurt bijna zevenmaal groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt;**
  - **Zn homogener verdeeld is in gelyofiliseerde magere yoghurt dan in verse magere yoghurt.**
- De statistische gegevens betreffende de "homogeniteitstest" van mineralen in volkorenbloem zijn samengevat in bijlage 2, tabel 16. De gegevens laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
    - *Magnesium*  
Het gemiddeld gehalte magnesium in volkorenbloem, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 80,7 mg/100g met een standaardafwijking van 2,7 mg/100g. De gemiddelde waarde voor magnesium in volkorenbrood, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 61 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,3% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 3,9%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte magnesium in de volkorenbloem bedragen respectievelijk 80,1 – 77,3 en 86,7 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 7,56 %.

▪ *Calcium*

Het gemiddeld gehalte calcium in volkorenbloem, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 36,3 mg/100g met een standaardafwijking van 1,3 mg/100g. De gemiddelde waarde voor calcium in volkorenbrood, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 30 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,7% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 4,39%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium in de volkorenbloem bedragen respectievelijk 36,0 – 34,6 en 38,5 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 3,64 %.

▪ *Kalium*

Het gemiddeld gehalte kalium in volkorenbloem, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 356 mg/100g met een standaardafwijking van 14 mg/100g. De gemiddelde waarde voor kalium in volkorenbrood, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 286 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,0% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 3,11%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium in de volkorenbloem bedragen respectievelijk 354, 339 en 383 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 40,32 %.

- *Natrium*

Het gemiddeld gehalte natrium in volkorenbloem, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,996 mg/100g met een standaardafwijking van 0,086 mg/100g. De gemiddelde waarde voor natrium in volkorenbrood, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 575 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 8,6% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 7,54%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium in de volkorenbloem bedragen respectievelijk 0,989 – 0,906 en 1,155 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,24 %.

- *Zink*

Het gemiddeld gehalte zink in volkorenbloem, berekend op de resultaten van 10 geanalyseerde monsters, bedraagt 2,35 mg/100g met een standaardafwijking van 0,07 mg/100g. De gemiddelde waarde voor zink in volkorenbrood, vermeld in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3, bedraagt 1,60 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,0% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 6,61%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink in de volkorenbloem bedragen respectievelijk 2,36 – 2,20 en 2,44 mg/100 g.

De limiet van herhaalbaarheid  $r$  is 0,20 %.

### **BESLUIT**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de homogeniteitstest betreffende de bepaling van mineralen in volkorenbloem toont aan dat:**

- **De resultaten van het onderzoek tonen aan dat de gemiddelde gehalten van de onderzochte mineralen in het monster volkorenbloem beduidend lager zijn dan de gehalten mineralen gepubliceerd voor volkorenbrood in de NUBEL voedingsmiddelentabel, versie 3.**

- De analytische methode, gebruikt voor de bepaling van mineralen in volkorenbloem, resulteert in RSD, waarden voor Mg, Ca en Zn die lager zijn dan deze berekend volgens de vergelijking Horwitz. Voor K en Na worden de indicatieve Horwitz waarden voor herhaalbaarheid overschreden. Aangezien de overschrijding eerder beperkt is kunnen we **BESLUITEN** dat de mineralen voldoende homogeen verdeeld zijn in volkorenbloem om dit materiaal in een ringonderzoek te gebruiken.
- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van mineralen in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 17 en 18. De gegevens betreffende het gehalte aan mineralen zijn het gemiddelde van twee analyseresultaten en laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
    - *Magnesium*
      - ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, is 15,03 mg/100g met een standaardafwijking van 0,53 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,53% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 7,52%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 15,13 – 13,8 en 15,93 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 1,48 mg/100g.
      - ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, is 14,26 mg/100g met een standaardafwijking van 0,62 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,35% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 7,57%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 14,24 – 13,36 en 15,62 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 1,74 mg/100g.



De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte magnesium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,096 (verse magere yoghurt) en 0,316 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De F - ratio is 11,57 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

De stabiliteit van het gehalte magnesium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 32-33)

### **BESLUIT**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van magnesium in magere yoghurt toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte magnesium in verse magere yoghurt is groter dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  zowel voor de meetresultaten van magnesium in verse als in gelyofiliseerde magere yoghurt voldoet aan het criterium van Horwitz;**
- **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van magnesium in verse magere yoghurt kleiner is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is bij vergelijking van de meetresultaten van magnesium in verse of gelyofiliseerde toestand en de validatieparameter limiet van binnenreproduceerbaarheid;**
- **Het gehalte magnesium in de magere yoghurt, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 32-33)**
  
- *Calcium*
  - ❖ **Het gemiddeld gehalte calcium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 161,53 mg/100g met een standaardafwijking van 4,90 mg/100g.**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,03% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,28%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 160,85 – 152,22 en 168,95 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 13,72 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 161,74 mg/100g met een standaardafwijking van 4,69 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,92% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,28%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 159,86 – 155,32 en 170,65 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 13,13 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte calcium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 108,32 (verse magere yoghurt) en 6,49 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De  $F$  - ratio is 56,76 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaard worden.

De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

De stabiliteit van het gehalte calcium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 34-35)

## **BESLUIT**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van calcium in magere yoghurt toont aan dat:**

- **De gemiddelde gehalten calcium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt zijn praktisch gelijk;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  zowel voor de meetresultaten van calcium in verse als in gelyofiliseerde magere yoghurt voldoet aan het criterium van Horwitz;**



- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van calcium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt praktisch gelijk is;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is bij vergelijking van de meetresultaten van calcium in verse of gelyofiliseerde toestand en de validatieparameter limiet van binnenreproduceerbaarheid;
- Het gehalte calcium in de magere yoghurt, ongeacht de aard van het product, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 34 - 35)

▪ *Kalium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 215,35 mg/100g met een standaardafwijking van 23,37 mg/100g.

Het gemiddeld gehalte kalium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 215,35 mg/100g met een standaardafwijking van 23,37 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 10,85% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,02%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 208,28 – 186,09 en 285,23 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 65,44 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 187,97 mg/100g met een standaardafwijking van 8,14 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,33% en kleiner dan de  $RSD_R$  waarde 5,13%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 187,35 – 177,41 en 201,17 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 22,79 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte kalium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 342,4 (verse magere yoghurt) en 36,6 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De F - ratio is 15,82 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. De nul hypothese kan hier niet aanvaard worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

De stabiliteit van het gehalte kalium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 36-37)

### **BESLUIT**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van kalium in magere yoghurt toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte kalium in verse magere yoghurt beduidend groter is dan in gelyofiliseerde magere yoghurt ;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voor de meetresultaten van kalium in verse magere yoghurt niet voldoet aan het criterium van Horwitz, doch wel voor de meetresultaten van kalium in gelyofiliseerde magere yoghurt;**
- **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van kalium in verse magere yoghurt beduidend hoger is dan deze bekomen in gelyofiliseerde magere yoghurt;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is bij vergelijking van de meetresultaten van kalium in verse of gelyofiliseerde toestand en de validatieparameter limiet van binnenreproduceerbaarheid;**
- **Het gehalte kalium in de magere yoghurt, ongeacht de aard van het product, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 36-37)**

#### **▪ *Natrium***

- ❖ **Het gemiddeld gehalte natrium in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 67,42 mg/100g met een standaardafwijking van 4,90 mg/100g.**

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 7,27% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,02%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 67,43 – 58,52 en 73,72 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 13,72 mg/100g

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 66,12 mg/100g met een standaardafwijking van 2,85 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,31% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,02%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 60,07 – 59,99 en 70,66 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 7,98 mg/100g

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte natrium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 18,56 (verse magere yoghurt) en 5,00 (gelyofiliseerde magere yoghurt). De F - ratio is 0,58 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese kan aanvaardbaar worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

De stabiliteit van het gehalte natrium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaardetijd. (Figuren 38-39)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van natrium in magere yoghurt toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte natrium in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt praktisch gelijk zijn;**

- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voor de meetresultaten van natrium in verse magere yoghurt niet voldoet aan het criterium van Horwitz, doch wel voor de meetresultaten van kalium in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van natrium in verse magere yoghurt beduidend hoger is dan deze bekomen in gelyofiliseerde magere yoghurt;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van magnesium in verse of gelyofiliseerde toestand niet significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
- Het gehalte natrium in de magere yoghurt, ongeacht de aard van het product, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 38-39)

▪ *Zink*

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in verse magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,463 mg/100g met een standaardafwijking van 0,027 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 5,83% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 12,73%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,463 – 0,418 en 0,518 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,076 mg/100g

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde magere yoghurt, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,531 mg/100g met een standaardafwijking van 0,014 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,63% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 12,47%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,530 – 0,503 en 0,556 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,039 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte zink in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,0004 (verse magere yoghurt) en 0,0001 (gelyofiliseerde magere yoghurt).

De  $F$  - ratio is 74,4 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet kan aanvaardbaar worden. De variantie op de meetresultaten van verse en gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd.

De stabiliteit van het gehalte zink in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 40-41)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van zink in magere yoghurt toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde magere yoghurt is groter dan in verse magere yoghurt ;**
  - **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voor de meetresultaten van zink in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt voldoet aan het criterium van Horwitz;**
  - **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van zink in verse magere yoghurt beduidend hoger is dan deze bekomen in gelyofiliseerde magere yoghurt;**
  - **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht aangezien de analytische fout van de meetresultaten van magnesium in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);**
  - **Het gehalte zink in de magere yoghurt, ongeacht de aard van het product, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 40-41)**
- 
- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van mineralen in verse en gelyofiliseerde spinazie zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 19 en 20. De gegevens betreffende het gehalte aan mineralen zijn het gemiddelde van twee analysesresultaten en laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:

▪ *Magnesium*

Het gemiddeld gehalte magnesium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 50,83 mg/100g met een standaardafwijking van 3,57 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 7,02% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,28%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 51,42 – 41,19 en 55,89 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 10,00 mg/100g.

❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 44,54 mg/100g met een standaardafwijking van 1,74 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,91% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,40%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 44,52 – 41,45 en 48,17 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 4,87 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte magnesium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test.

De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 11,03 (verse spinazie) en 2,14 (gelyofiliseerde spinazie). De F - ratio is 24,06 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van magnesium in verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte magnesium in verse en gelyofiliseerde spinazie in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 42-43)

#### **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van magnesium in spinazie toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte magnesium in verse spinazie is groter dan in gelyofiliseerde spinazie ;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van magnesium in verse spinazie, maar wel in gelyofiliseerde spinazie;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van magnesium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van magnesium in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
- Het gehalte magnesium in de spinazie, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 42-43)

#### ▪ *Calcium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 139,15 mg/100g met een standaardafwijking van 14,09 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 10,13% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 5,39%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 139,87 – 115,50 en 164,88 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid R is 39,45 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 110,61 mg/100g met een standaardafwijking van 4,10 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,71% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 5,58%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 110,74 – 102,79 en 116,76 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 11,48mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte calcium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters binnenreproduceerbaarheid en aard van bewaring, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 108,32 (verse magere spinazie) en 6,49 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 56,75 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van calcium in verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte calcium in verse en gelyofiliseerde spinazie in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 44-45)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van calcium in verse en gelyofiliseerde spinazie toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte calcium in verse spinazie is groter dan in gelyofiliseerde spinazie ;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van calcium in verse spinazie, maar wel in gelyofiliseerde spinazie;**
- **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van calcium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van calcium in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);**
- **Het gehalte calcium in de spinazie, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 44-45)**



▪ *Kalium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 350,76 mg/100g met een standaardafwijking van 29,39 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 8,38% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,69%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 354,56 – 275,58 en 411,65 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 82,29 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde sinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 333,94 mg/100g met een standaardafwijking van 10,85 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,25% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,72%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 331,59 – 314,92 en 361,98 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 30,38 mg/100g

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte kalium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en de analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 534,3 (verse magere spinazie) en 29,5 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 4,01 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van kalium in verse en gelyofiliseerde spinazie is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte kalium in verse en gelyofiliseerde spinazie in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 46-47)

### **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van kalium in spinazie toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte kalium in verse spinazie is groter dan in gelyofiliseerde spinazie;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van calcium in verse spinazie, maar wel in gelyofiliseerde spinazie;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van calcium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van kalium in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
- Het gehalte kalium in de spinazie, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 46-47)

#### ▪ *Natrium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in verse spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 26,16 mg/100g met een standaardafwijking van 4,20 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 16,05% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,92%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 25,66 – 19,77 en 35,83 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 11,76 mg/100g

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 23,02 mg/100g met een standaardafwijking van 1,13 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,91% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 7,06%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 22,69 – 21,42 en 25,77 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 3,16 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte natrium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 15,59 (verse magere spinazie) en 0,76 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 4,83 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van natrium in verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte natrium in verse en gelyofiliseerde spinazie in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 48-49)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van natrium in spinazie toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte natrium in verse spinazie is groter dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van calcium in verse spinazie, maar wel in gelyofiliseerde spinazie;**
- **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van natrium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van natrium in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);**
- **Het gehalte natrium in de spinazie, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 48-49)**

- *Zink*

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in verse spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,728 mg/100g met een standaardafwijking van 0,127 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 17,45% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 11,88%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,710 – 0,580 en 1,110 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,356 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde spinazie, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 0,580 mg/100g met een standaardafwijking van 0,018 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,1% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 12,3%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 0,577 – 0,555 en 0,623 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,050 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte zink in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,0087 (verse magere spinazie) en 0,0003 (gelyofiliseerde spinazie). De  $F$  - ratio is 19,44 en groter dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van zink in verse en gelyofiliseerde spinazie is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte zink in verse en gelyofiliseerde spinazie in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 50-51)

## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van zink in spinazie toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte zink in verse spinazie is groter dan in gelyofiliseerde spinazie;
  - De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van zink in verse spinazie, maar wel in gelyofiliseerde spinazie;
  - De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van zink in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
  - De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese niet van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van zink in verse of gelyofiliseerde toestand significant verschillend is van deze bekomen in functie van de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
  - Het gehalte zink in de spinazie, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 50-51)
- 
- De statistische gegevens betreffende de "stabiliteitstest" van mineralen in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem zijn samengevat in bijlage 2, tabellen 19 en 20. De gegevens betreffende het gehalte aan mineralen zijn het gemiddelde van twee analysesresultaten en laten toe de volgende vaststellingen te formuleren:
    - *Magnesium*
      - ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in verse volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 76,75 mg/100g met een standaardafwijking van 4,32 mg/100g.  
  
De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 5,63% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 5,90%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.  
  
De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 77,05 – 64,84 en 84,62 mg/100 g.  
  
De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 10,00 mg/100g.
      - ❖ Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 74,32 mg/100g met een standaardafwijking van 2,32 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,12% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,17%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaanwaarde, het minimum en maximum gehalte magnesium bedragen respectievelijk 74,55 – 67,19 en 76,96 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 4,87 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte magnesium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de analysetijd. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 11,60 (verse volkorenbloem) en 3,99 (gelyofiliseerde volkorenbloem). De  $F$  - ratio is 3,13 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese niet aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van magnesium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem is groter dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte magnesium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 52-53)

#### **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van magnesium in volkorenbloem toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte magnesium in verse volkorenbloem is groter dan in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  niet voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van magnesium in verse volkorenbloem, maar wel in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van magnesium in verse spinazie groter is dan in gelyofiliseerde spinazie;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van magnesium in verse of gelyofiliseerde toestand kleiner is dan deze te wijten aan de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);

- **Het gehalte magnesium in volkorenbloem, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 52-53)**

▪ *Calcium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in verse volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 37,64 mg/100g met een standaardafwijking van 1,26 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,35% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,59%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 37,59 – 35,39 en 39,41 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 3,53 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 38,13 mg/100g met een standaardafwijking van 1,18 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,09% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 6,59%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte calcium bedragen respectievelijk 38,09 – 35,96 en 40,68 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 3,30 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte calcium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,409 (verse volkorenbloem) en 0,654 (gelyofiliseerde volkorenbloem). De  $F$  - ratio is 1,81 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van calcium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).



De stabiliteit van het gehalte calcium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 54-55)

**BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van calcium in volkorenbloem toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte calcium in verse volkorenbloem is praktisch hetzelfde als in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van calcium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van calcium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem praktisch dezelfde is;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van calcium in verse of gelyofiliseerde toestand kleiner is dan deze te wijten aan de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
- Het gehalte calcium in volkorenbloem, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 54-55)

▪ *Kalium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in verse volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 342,57 mg/100g met een standaardafwijking van 15,4 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 4,5% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,69%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 340,20 – 318,66 en 372,07 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 43,12 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 343,31 mg/100g met een standaardafwijking van 9,53 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 2,78% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 4,69%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte kalium bedragen respectievelijk 343,07 – 328,42 en 358,93 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 26,68 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte kalium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 143,96 (verse volkorenbloem) en 58,44 (gelyofiliseerde volkorenbloem). De F - ratio is 0,03 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van kalium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte kalium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 56-57)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van kalium in volkorenbloem toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte kalium in verse volkorenbloem is praktisch hetzelfde als in gelyofiliseerde volkorenbloem;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van kalium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem;**
- **De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van kalium in verse volkorenbloem is beduidend groter dan in gelyofiliseerde volkorenbloem;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van kalium in verse of gelyofiliseerde toestand kleiner is dan deze te wijten aan de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);**
- **Het gehalte kalium in volkorenbloem, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 56-57)**

▪ *Natrium*

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in verse volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 1,108 mg/100g met een standaardafwijking van 0,309 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 27,9% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 11,16%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 1,003 – 0,765 en 1,971 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,865 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 1,086 mg/100g met een standaardafwijking van 0,071 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 6,54% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 11,16%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte natrium bedragen respectievelijk 1,094 – 0,973 en 1,194 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,199 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte natrium in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en de analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,015 (verse volkorenbloem) en 0,004 (gelyofiliseerde volkorenbloem). De  $F$  - ratio is 0,485 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese aanvaardbaar is. De variantie op de meetresultaten van natrium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte natrium in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaardetijd. (Figuren 58-59)

## **BESLUIT:**

De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van natrium in volkorenbloem toont aan dat:

- Het gemiddeld gehalte natrium in verse volkorenbloem is praktisch hetzelfde als in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voldoet niet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van natrium in verse volkorenbloem, maar wel voor de bepaling van natrium in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De limiet van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van natrium in verse volkorenbloem is beduidend groter dan in gelyofiliseerde volkorenbloem;
- De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van natrium in verse of gelyofiliseerde toestand kleiner is dan deze te wijten aan de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);
- Het gehalte natrium in volkorenbloem, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 58-59)

### ▪ *Zink*

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in verse volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 2,48 mg/100g met een standaardafwijking van 0,09 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,63% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 9,85%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 2,49 – 2,33 en 2,61 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,252 mg/100g.

- ❖ Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde volkorenbloem, berekend op de resultaten van 16 geanalyseerde monsters, bedraagt 2,56 mg/100g met een standaardafwijking van 0,09 mg/100g.

De relatieve binnenreproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$ ) is 3,52% en groter dan de  $RSD_R$  waarde 9,85%, berekend op basis van de vergelijking van Horwitz.

De mediaan waarde, het minimum en maximum gehalte zink bedragen respectievelijk 2,52 – 2,42 en 2,73 mg/100 g.

De limiet van de binnenreproduceerbaarheid  $R$  is 0,250 mg/100g.

De variantie en het significant verschil tussen de resultaten van het gemiddeld gehalte zink in de twee meetreeksen werden, in functie van de parameters aard van bewaring en analysetijd, onderzocht met behulp van de one way ANOVA test. De variantie op de resultaten van de twee meetreeksen is respectievelijk 0,0065 (verse volkorenbloem) 0,0048 (gelyofiliseerde volkorenbloem). De  $F$  - ratio is 4,27 en kleiner dan de kritische  $F_{95}$  - ratio 4,60. Dit betekent dat de nul hypothese aanvaardbaar is.

De variantie op de meetresultaten van zink in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem is kleiner dan deze te wijten aan de analytische fout bekomen in functie van de analysetijd (binnenreproduceerbaarheid).

De stabiliteit van het gehalte zink in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem in functie van het tijdstip van analyse werd bepaald bij middel van de berekening van de halfwaarde tijd. (Figuren 60-61)

#### **BESLUIT:**

**De statistische evaluatie van de resultaten van de stabiliteitstest betreffende de bepaling van zink in volkorenbloem toont aan dat:**

- **Het gemiddeld gehalte zink in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem zijn praktisch gelijk;**
- **De analytische methode met betrekking tot de validatieparameter  $RSD_R$  voldoet aan het criterium van Horwitz voor de bepaling van zink in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem;**
- **De limieten van de binnenreproduceerbaarheid voor de bepaling van zink in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem zijn praktisch gelijk;**
- **De resultaten van de ANOVA test aantonen dat de nul hypothese van kracht is aangezien de analytische fout van de meetresultaten van zink in verse of gelyofiliseerde toestand kleiner is dan deze te wijten aan de analysetijd (limiet van binnenreproduceerbaarheid);**

- **Het gehalte zink in volkorenbloem, ongeacht zijn voorkomen, tenminste 84 dagen stabiel blijft. (Figuren 60-61)**

### **3.2 Interlaboratorium onderzoeken**

Dit uitgebreid interlaboratoriumonderzoek had tot doel de resultaten van de deelnemende laboratoria met betrekking tot de bepaling van:

- ❖ Vet en vetzuren in leverpastei en biscuits;
- ❖ Vitamine A in leverpastei, vitamine B1 in volkorenbloem en vitamine B2 in drinkyoghurt;
- ❖ Mineralen (Mg, Ca, K, Na en Zn) in diepvriesspinazie, magere yoghurt en volkorenbloem

te evalueren en aanbevelingen te formuleren in verband met de methoden die kunnen voorgesteld worden voor normalisatie.

Het proces van het interlaboratoriumonderzoek inhoudend de voorbereiding van de stalen, het vervoer, de analyse, het rapporteren van de analyseresultaten en de statistische verwerking ervan werd uitgevoerd van april 1997 tot maart 1998. Een bijkomend onderzoek voor de bepaling van transvetzuren in eetwaren werd uitgevoerd in de loop van 1999 – 2000.

Voor elke analyse en matrix combinatie hebben er tenminste 8 binnen- en buitenlandse laboratoria deelgenomen zodanig dat de resultaten via het programma Statgraphics en het programma "Statistical analysis of ringtest data according to ISO 5725 -2 (1994), version 1.1" konden verwerkt worden.

Op basis van de gegevens bekomen uit de stabiliteit- en homogeniteitstesten werden de monsters voor het interlaboratoriumonderzoek door de pilootlaboratoria bereid en door de inspectiediensten van eetwaren en het Instituut van Veterinaire Keuring aan de deelnemende laboratoria verstuurd of ter plaatse afgeleverd. Elk pakket stalen was vergezeld van een document met instructies in verband met het uitvoeren van de analyses, de gegevens die moesten verstrekt worden over de gebruikte analytische methode (beschrijving van het principe van de methode) en de wijze waarop de resultaten dienden gerapporteerd te worden. Voor elk type van analyse werden twee monsters opgestuurd die in drievoud moesten geanalyseerd worden.

Elk laboratorium had de vrije keuze om een methode te gebruiken die gevalideerd was en waarmede zij voldoende ervaring hadden. Een gedetailleerde beschrijving van de methode moest ter beschikking zijn om de kwaliteitsborging van de analyseresultaten te verifiëren.

Bij de statistische verwerking van de gegevens van het interlaboratoriumonderzoek werden de volgende bewerkingen uitgevoerd:

- ❖ Validatie van analyseresultaten: principieel werden alle gerapporteerde gegevens statistisch verwerkt. Sommige gegevens werden bij de statistische verwerking niet in rekening gebracht omdat zij op basis van de Cochran en de dubbele Grubbs test als onaanvaardbare outliers werden beschouwd;
- ❖ Statistische verwerking van de gegevens: alle gegevens van het interlaboratoriumonderzoek werden per eigenschap en per matrix statistisch verwerkt door gebruik te maken van het berekeningsmodel dat gesteund is op de criteria van de standaard ISO 5725 – 2, versie 1.1. Op de analyseresultaten van elk materiaal werden de parameters gemiddelde waarde, de herhaalbaarheid standaardafwijking ( $s_r$ ), de reproduceerbaarheid standaardafwijking ( $s_R$ ), de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$ , het Horwitz criterium  $RSD_H$ , de herhaalbaarheid (analyses uitgevoerd onder dezelfde proefomstandigheden in hetzelfde laboratorium), de reproduceerbaarheid (analyses uitgevoerd onder verschillende proefomstandigheden in verschillende laboratoria) en de z-score berekend.

Als acceptatiecriteria voor het aanvaarden van de analyseresultaten werd door NUBEL vooropgesteld dat :

- ❖ de **relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$**  wordt geëvalueerd op basis van het Horwitz criterium  $RSD_H = 2^{(1-0.5 \log C)}$ , met C = absolute concentratie van de te analyseren eigenschap;
- ❖ de **interlaboratorium standaardafwijking  $S_R = \mu \times RSD_R/100$**  maximaal 15% mag bedragen.
- ❖ De z-score, of het criterium dat gebruikt wordt voor de prestatie van het individueel laboratorium. De z-score wordt uitgedrukt door de volgende vergelijking:

$$z = (x_i - \mu)/s$$

$x_i$ : gemiddelde waarde van het laboratorium

$\mu$ : reële of geschatte referentiewaarde

s: herhaalbaarheid

De gegevens van een laboratorium worden als aanvaardbaar beschouwd als de **z-score kleiner is dan 2**.

Met de gegevens van het interlaboratoriumonderzoek werd met behulp van de Cochran test nagegaan of er stragglers of outliers waren bij de evaluatie van de verschillen in de binnenlaboratorium varianties. Hierbij werden de volgende criteria vooropgesteld:

- $P > 0,05$  : de laboratoriumresultaten worden als correct beschouwd  
 $0,05 \geq P > 0,01$  : de laboratoriumresultaten zijn gemarkeerd als stragglers  
 $P \leq 0,01$  : de laboratoriumresultaten zijn gemarkeerd als outliers

Met de enkele Grubbs test wordt geverifieerd of het hoogste en kleinste laboratoriumresultaat een straggler of een outlier is. Met de dubbele Grubbs test worden de twee hoogste en de twee laagste waarden onderzocht op stragglers of outliers.

### 3.2.1 *Vetgehalte*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van het vetgehalte in leverpastei en speculaas zijn samengevat in tabellen 23 en 24. Naast de individuele resultaten zijn eveneens de mediaan waarde, de variantie, de herhaalbaarheid standaardafwijking en de z-score per laboratorium berekend. Met het statistisch programma werden ook de gemiddelde waarde ( $\bar{x}$  in g/100g), de herhaalbaarheid standaardafwijking ( $s_r$  in g/100g), de reproduceerbaarheid standaardafwijking ( $s_R$  in g/100g), de herhaalbaarheid ( $r$  in g/100g), de reproduceerbaarheid ( $R$  in g/100g) en de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking ( $RSD_R$  in %) berekend. Per test materiaal werd ook het Horwitz criterium berekend.

De meeste laboratoria bepalen het vetgehalte gravimetrisch na extractie van het vet uit de matrix met petroleumether of diethylether.

In de monsters leverpastei werd alleen voor het monster A een Cochran straggler voor laboratorium 5 en een outlier voor het laboratorium 11 genoteerd. De resultaten van beide laboratoria werden nochtans behouden omdat de criteria voor de interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  en voor de z-score werden gerespecteerd.

Het gemiddeld vetgehalte in leverpastei A is 26,60 g/100g. Dit gehalte is lager dan het vetgehalte van 27,55 g/100g, bekomen in het pilootlaboratorium. De interlaboratorium standaardafwijking (1,63 g/100g) valt binnen het criterium van 15%.

De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 24,29 en 30,81 g/100g.

Er wordt echter wel vastgesteld dat de waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (6,11%) niet beantwoordt aan het Horwitz criterium (3,43%).

Het gemiddeld vetgehalte in leverpastei B is 33,02 g/100g. Dit gehalte is iets lager dan het vetgehalte van 33,56 g/100g, bekomen in het pilootlaboratorium. De interlaboratorium standaardafwijking (1,3 g/100g) valt binnen het criterium van 15%.



De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 30,96 en 36,16 g/100g.

De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (3,97%) is iets hoger dan het Horwitz criterium (3,34%).

Het gemiddeld vetgehalte van de leverpastei B is significant hoger dan in leverpastei A. De  $RSD_R$  en R waarden, berekend op de analyseresultaten van leverpastei B, zijn beter dan deze van de leverpastei A niettegenstaande per laboratorium dezelfde analysemethode werd gebruikt.

Op basis van de z-scores stellen we vast dat voor de resultaten van de leverpastei A alleen het laboratorium 5 een hoge z-score heeft (1,99). Bijgevolg is het aanbevolen dat dit laboratorium zijn methode, waarbij het monster met zand wordt gemengd en na drogen met petroleumether wordt geëxtraheerd, zijn criteria voor kwaliteitsborging wetenschappelijk beter onderbouwt.

In het monster speculaas A werd een Cochran outlier gevonden voor het laboratorium 2, doch geen Grubbs outliers of stragglers. Het laboratorium heeft ook een z-score die groter is dan 2 en een herhaalbaarheid standaardafwijking die groter is dan 10%. Bijgevolg werd besloten om de resultaten van dit laboratorium bij de statistische verwerking van deze test niet in aanmerking te nemen. Na eliminatie van de resultaten van laboratorium 2 zijn er geen Cochran en Grubbs stragglers en outliers meer gevonden.

Het gemiddeld vetgehalte in speculaas A is 22,4 g/100g. Dit gehalte is beduidend hoger dan het vetgehalte van 20,10 g/100g, bekomen in het pilootlaboratorium. De interlaboratorium standaardafwijking (4,4 g/100g) valt buiten het criterium van 15%. De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster speculaas kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 11,3 en 28,9 g/100g. Ook wordt vastgesteld dat de waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (19,69%) niet beantwoordt aan het Horwitz criterium (9,98%).

In speculaas B werd een Cochran outlier en een dubbele Grubbs outlier vastgesteld. Deze outliers waren te wijten aan de resultaten van laboratorium 2. Na eliminatie van deze outliers werden er voor de andere resultaten geen stragglers of outliers genoteerd.

Het gemiddeld vetgehalte in speculaas B is 29,32 g/100g. Dit gehalte is iets lager dan het vetgehalte van 29,82 g/100g, bekomen in het pilootlaboratorium. De interlaboratorium standaardafwijking (0,6 g/100g) valt binnen het criterium van 15%. De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster speculaas kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 28,62 en 31,02 g/100g.

De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (2,2%) is lager dan het Horwitz criterium (3,42%).

Alle z-scores van de resultaten van de twee speculaas monsters waren, na eliminatie van de analyseresultaten van laboratorium 2, kleiner dan 2. De hoogste z-score (-1,76) werd genoteerd voor het resultaat van laboratorium 7 in het speculaas monster B.

Het gemiddeld vetgehalte in het monster speculaas B is significant hoger dan in leverpastei A. Niettegenstaande per laboratorium voor de analyse van de twee speculaas monsters dezelfde analysemethode werd gebruikt, stellen we vast dat de validatieparameters voor de resultaten van de laboratoria van het monster speculaas A minder goede resultaten opleveren dan deze bekomen voor het monster speculaas B.

#### **BESLUIT:**

- ❖ **De resultaten van het laboratorium 2 zijn onaanvaardbaar. Dit betekent dat de resultaten van vetgehalte bepalingen in eetwaren, afkomstig van dit laboratorium, voorlopig niet in de NUBEL voedingsmiddelentabel kunnen opgenomen worden.**
- ❖ **De methoden, gebruikt door de andere laboratoria, leveren alleen voor de analyse van het vetgehalte in speculaas B resultaten op die aan de vooropgestelde criteria voldoen.**
- ❖ **Nieuwe ringtesten moeten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen methode kunnen toepassen. Op basis van de bekomen resultaten kan voorlopig geen enkele methode voor normalisatie geadviseerd worden.**

#### **3.2.2 Vetzuurgehalte**

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van het vetzuurgehalte in leverpastei en speculaas zijn samengevat in tabellen 25 - 34.

- *Verzadigde vetzuren*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van het vetzuurgehalte in leverpastei en speculaas zijn samengevat in tabellen 25 - 34.

Voor de evaluatie van de resultaten van de verzadigde vetzuren in leverpastei en speculaas monsters werden de gegevens van myristinezuur (C14:0), palmitinezuur (C16:0) en stearinezuur (C18:0) statistisch verwerkt en geëvalueerd. Voor geen enkel resultaat kon een Cochran of Grubbs outlier of straggler genoteerd worden.

Het gemiddeld gehalte C14:0 verzadigd vetzuur in leverpastei A is 1,61 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,4%) valt buiten het criterium van 15%.

De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster speculaas kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 0,81 en 2,41 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (24,8%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,53%).

Het gemiddeld gehalte C14:0 verzadigd vetzuur in leverpastei B is 1,59 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,34%) valt buiten het criterium van 15%. De grenswaarden voor C14:0 in het geanalyseerde monster speculaas kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 0,91 en 2,27 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (21,4%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,4%).

De gemiddelde waarden van C14:0 zijn voor beide monsters praktisch gelijk. De  $RSD_R$  waarden beantwoorden niet aan het Horwitz criterium. Hierdoor kunnen de methoden gebruikt voor de bepaling van C14:0 in de monsters leverpastei niet voor normalisatie geadviseerd worden.

De laboratoria 4 en 7 hebben hoge z-scores. Het is aangewezen dat deze laboratoria de passende corrigerende maatregelen nemen om de kwaliteit van hun resultaten te verbeteren.

Het gemiddeld gehalte C16:0 verzadigd vetzuur in leverpastei A is 23,87 %. De interlaboratorium standaardafwijking (2,07%) valt binnen het criterium van 15%.

De grenswaarden voor C16:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 19,73 en 28,01%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,67%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (3,03%).

Het gemiddeld gehalte C16:0 verzadigd vetzuur in leverpastei B is 25,92 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,94%) valt binnen het criterium van 15%. De grenswaarden voor C16:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 24,04 en 27,80%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (3,63%) is iets hoger dan het Horwitz criterium (2,89%).

Alhoewel het gehalte C16:0 in beide monsters van dezelfde grootte orde is en per laboratorium dezelfde methode gebruikt wordt om de monsters leverpastei te

analyseren, toch stellen we vast dat de reproduceerbaarheid van de resultaten in leverpastei B beter is dan in A.

Uit de statistische gegevens blijkt eveneens dat de laboratoria 3, 4 en 9 z-scores hebben die de 2 benaderen. Het is aangewezen dat deze laboratoria de passende corrigerende maatregelen nemen om de kwaliteit van hun resultaten te verbeteren.

Het gemiddeld gehalte C18:0 verzadigd vetzuur in leverpastei A is 12,8 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,22%) valt binnen het criterium van 15%. De grenswaarden voor C18:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 10,36 en 15,24%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (24,8%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,53%).

Het gemiddeld gehalte C18:0 verzadigd vetzuur in leverpastei B is 14,14 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,93%) valt binnen het criterium van 15%. De grenswaarden voor C18:0 in het geanalyseerde monster leverpastei kunnen met 95% betrouwbaarheid verwacht worden tussen 12,28 en 16,00%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (21,4%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,4%).

Alle laboratoria hebben een z-score die lager is dan 2.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van C14:0 in de monsters leverpastei hebben een afwijking van meer dan 15% voor de interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  en beantwoorden bijgevolg niet aan het vooropgestelde criterium. Het is bijgevolg aangewezen om dit vetzuur niet als kwaliteitsparameter te gebruiken bij de bepaling van verzadigde vetzuren in leverpastei.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van C14:0, C16:0 en C18:0 beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid R is zo groot dat de gebruikte methoden voor de bepaling van verzadigde vetzuren in leverpastei niet in aanmerking kunnen komen voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ De resultaten van laboratorium zijn aanvaardbaar met betrekking tot de z-score. Bijgevolg kunnen de resultaten van verzadigde vetzuren van de laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

Voor de evaluatie van de resultaten van de verzadigde vetzuren in speculaas werden eveneens de gegevens van myristinezuur (C14:0), palmitinezuur (C16:0) en stearinezuur (C18:0) statistisch verwerkt. Voor de bepaling van myristinezuur in speculaas B werd een Cochran outlier en een dubbele Grubbs straggler voor het laboratorium 3 genoteerd. Voor de analyseresultaten van dit verzadigd vetzuur in speculaas A werd geen enkele outlier of straggler berekend. Voor de bepaling van palmitinezuur (C16:0) werd alleen een Cochran straggler in speculaas A genoteerd. Tenslotte is een Cochran outlier berekend voor de analyseresultaten van stearinezuur in speculaas A. Deze outlier is afkomstig van de analyseresultaten van het laboratorium 10.

Het gemiddeld gehalte C14:0 verzadigd vetzuur in speculaas A is 3,54 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,52%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen liggen tussen 2,5 en 4,58%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (14,69%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (5,98%).

Het gemiddeld gehalte C14:0 verzadigd vetzuur in speculaas B is 2,15 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,37%) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen liggen tussen 1,41 en 2,89%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (17,2%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (6,06%).

De gemiddelde waarden van C14:0 van beide monsters speculaas zijn beduidend verschillend. De  $RSD_R$  waarden tonen aan dat er een grote spreiding in de resultaten van de C14:0 bepaling in speculaas kan verwacht worden indien de materialen speculaas en verwante producten in verschillende laboratoria geanalyseerd worden.

De z-scores van het laboratorium 4 voor de analyse van speculaas A en B bedragen respectievelijk 2,1 en 2,45 en voldoen niet aan het vereiste criterium.

Het gemiddeld gehalte C16:0 verzadigd vetzuur in speculaas A is 21,47 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,54%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen liggen tussen 18,39 en 24,55%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,17%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,56%).

Het gemiddeld gehalte C16:0 verzadigd vetzuur in speculaas B is 24,12 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,73%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen liggen tussen 20,66 en 27,58%.

De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (20,07%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,23%).

Alhoewel het gehalte C16:0 in beide monsters van dezelfde grootte orde is en dezelfde methoden gebruikt zijn, toch stellen we vast dat de reproduceerbaarheid van de resultaten in speculaas A beter is dan in B.

Uit de statistische gegevens blijkt eveneens dat het laboratorium 6 voor zijn resultaten in speculaas B een z-score heeft van 2,16. Bijgevolg moeten de resultaten van het laboratorium 6 met betrekking tot de bepaling van palmitinezuur in speculaas en aanverwante producten in vraag gesteld worden. De z-score van het laboratorium 7 is eveneens vrij hoog (1,84). Bijgevolg is het aangewezen dat ook dit laboratorium de nodige inspanningen levert om aan ringtesten deel te nemen en een strak programma van kwaliteitsborging bij de analyse van vetzuren in speculaas en aanverwante producten naleeft.

Het gemiddeld gehalte C18:0 verzadigd vetzuur in speculaas A is 13,2 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,38%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 10,44 en 15,96%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (10,46%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,92%).

Het gemiddeld gehalte C18:0 verzadigd vetzuur in speculaas B is 8,72 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,91%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 6,9 en 10,54%. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (10,46%) is beduidend hoger dan het Horwitz criterium (4,92%).

De gehalten C18:0 in beide monsters zijn significant verschillend. De statistische resultaten van de beide testmaterialen verschillen alternerend. De herhaalbaarheid is beduidend beter voor de resultaten van speculaas A, terwijl voor de reproduceerbaarheid het omgekeerde kan besloten worden.

Uit de statistische gegevens blijkt dat geen enkel laboratorium een z-score heeft van meer dan 2 voor de resultaten in beide speculaas monsters.

## **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van C14:0 in het monster speculaas B hebben een afwijking van meer dan 15% voor de interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  en beantwoorden bijgevolg niet aan het vooropgestelde criterium. Het is bijgevolg aangewezen om dit vetzuur niet als kwaliteitsparameter te gebruiken bij de bepaling van verzadigde vetzuren in leverpastei.
- ❖ De laboratoria 6 en 4 hebben een z-score hoger dan 2 voor respectievelijk C14:0 en C16:0. Dit betekent dat de resultaten van verzadigde vetzuren van deze laboratoria voorlopig niet gevalideerd kunnen worden om opgenomen te worden in de NUBEL voedingsmiddelentabel.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van C14:0, C16:0 en C18:0 beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid is te groot dat de gebruikte methoden voor de bepaling van verzadigde vetzuren in speculaas niet in aanmerking kunnen komen voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.

- *Monoonverzadigde vetzuren*

Voor de evaluatie van de resultaten van de monoonverzadigde vetzuren in leverpastei en speculaas monsters werden de gegevens van oliezuur (C18:1) statistisch verwerkt. In het monster leverpastei A werd voor de resultaten van het laboratorium 6 een Cochran straggler aangetroffen maar geen Grubbs outliers of stragglers. De resultaten van de geanalyseerde leverpastei B hadden noch outliers, noch straggles.

Daarentegen werd voor het monster speculaas A vastgesteld dat de resultaten van het laboratorium 4 zowel een Cochran outlier bevatte als een dubbele Grubbs straggler. Bijgevolg zijn de resultaten van het laboratorium 4 niet in de tabel 32a opgenomen. Voor de resultaten van het monster speculaas B treffen we een enkelvoudige Grubbs straggler aan bij het laboratorium 6.

Het gemiddeld gehalte C18:1 monoonverzadigd vetzuur in leverpastei A is 41,99 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,64%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 38,71 en 45,27 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (3,91%) is gelijk aan het Horwitz criterium (3,94%).

Het gemiddeld gehalte C18:1 monoonverzadigd vetzuur in leverpastei B is 41,16 %. De interlaboratorium standaardafwijking (2,11%) valt binnen het criterium van 15%.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 29,58 en 40,02 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (5,13%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,81%).

De gemiddelde waarden van C18:1 van beide monsters leverpastei zijn gelijk. Voor het monster leverpastei A is de  $RSD_R$  waarde aanvaardbaar. Voor het monster leverpastei B ligt de  $RSD_R$  waarde niet aanvaardbaar.

Alle laboratoria hebben een aanvaardbare z-score.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van C18:1 in de monsters leverpastei hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van C18:1 beantwoorden praktisch aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is aanvaardbaar. Bijgevolg kunnen de methoden gebruikt voor de bepaling van oliezuur in de monsters leverpastei kunnen aanbevolen worden om genormaliseerd te worden.
- ❖ De laboratoria hebben allen een z-score die aan het vooropgestelde criterium beantwoorden.

Het gemiddeld gehalte C18:1 monoönverzadigd vetzuur in speculaas A is 34,58 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,87%) valt binnen het criterium van 15%.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 30,84 en 38,32 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (5,4%) is gelijk aan het Horwitz criterium (4,26%).

Het gemiddeld gehalte C18:1 monoönverzadigd vetzuur in speculaas B is 34,8 %. De interlaboratorium standaardafwijking (2,61%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 29,58 en 40,02 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,5%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,81%).

De gemiddelde waarden van C18:1 van beide monsters leverpastei zijn gelijk. De  $RSD_R$  waarde voor de resultaten van het monster speculaas A is duidelijk beter dan de  $RSD_R$  waarde bekomen voor de resultaten van het monster speculaas B.



Alle laboratoria hebben een aanvaardbare z-score.

**BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van C18:1 in de monsters speculaas hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van C18:1 beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van monoonverzadigde vetzuren in speculaas kunnen aanbevolen worden voor normalisatie.  
Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ De laboratoria hebben allen een z-score die aan het vooropgestelde criterium beantwoorden.

- *Polygonverzadigde vetzuren*

Voor de evaluatie van de resultaten van de polygonverzadigde vetzuren in leverpastei en speculaas monsters werden de gegevens van linolzuur (C18:2) statistisch verwerkt. In het monster leverpastei A werd voor de resultaten van het laboratorium 3 een enkelvoudige Grubbs straggler gevonden, terwijl een dubbele Grubbs straggler werd genoteerd voor de resultaten van de laboratoria 3 en 10. Bij de resultaten van de leverpastei B van het laboratorium 9. Tenslotte werd een Cochran straggler gevonden bij de resultaten van speculaas B van het laboratorium 4. De resultaten van leverpastei B van het laboratorium 9 werden niet weerhouden.

Het gemiddeld gehalte linolzuur (C18:2) in leverpastei A is 12,09 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,75%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 8,59 en 15,59 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (14,47%) is significant hoger dan het Horwitz criterium (4,26%).

Het gemiddeld gehalte linolzuur (C18:2) in leverpastei B is 11,03 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,69%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9,65 en 12,41 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (6,26%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,66%).

De gemiddelde waarden van linolzuur van beide monsters leverpastei zijn van dezelfde grootte orde. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria tonen aan dat er een grotere spreiding is in de resultaten van het monster leverpastei A dan voor B.

Het laboratorium 3 heeft een z-score van  $-2,34$  voor zijn resultaat in het monster leverpastei A, terwijl het laboratorium 10 een z-score heeft van  $-2,0$  voor zijn resultaten in het monster leverpastei B.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van C18:2 in de monsters leverpastei hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen de vooropgestelde criteria valt.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van C18:2 beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van polyvetzuren in leverpastei kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria 3 en 10 een z-score van 2 of meer hebben bij de analyseresultaten van leverpastei, is het aangewezen om voorlopig de resultaten van vetrijke vleesproducten van deze laboratoria niet meer in de NUBEL voedingsmiddelentabel op te nemen.

Het gemiddeld gehalte linolzuur (C18:2) in speculaas A is 15,96 %. De interlaboratorium standaardafwijking (0,97%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 14,02 en 17,90 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (6,08%) is significant hoger dan het Horwitz criterium (4,79%).

Het gemiddeld gehalte linolzuur (C18:2) in leverpastei B is 23,7 %. De interlaboratorium standaardafwijking (1,4%) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 20,9 en 26,5 %. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (5,91%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,23%).

De gemiddelde waarden van linolzuur van beide monsters speculaas zijn significant verschillend. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria tonen aan dat de verschillen tussen de laboratoria iets te groot zijn en inspanningen zullen moeten geleverd worden om de gebruikte analysemethoden te verfijnen.

De laboratoria hebben voor beide speculaas monsters een z-score die binnen de vooropgestelde criteria vallen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van linolzuur (C18:2) in de monsters speculaas hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden van linolzuur beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van polyvetzuren in speculaas kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de resultaten van polyonverzadigde vetzuren in eetwaren in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

- *Transvetzuren :*

Er waren te weinig deelnemende laboratoria om een statistische verwerking van de analyseresultaten uit te voeren.

#### **3.2.3 Vitaminen**

- *Vitamine A in leverpastei*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van vitamine A in leverpastei zijn samengevat in tabellen 35 a en b. De analysemethoden gebruikt door de laboratoria omvatten een verzeping- en extractiestap, terwijl de metingen van het gehalte vitamine A werden uitgevoerd met behulp van de HPLC – UV techniek. De modaliteiten waaronder de verzeping en de extractie werden uitgevoerd, alsook de voorwaarden waaronder de HPLC – UV metingen gebeurden verschillen sterk van laboratorium tot laboratorium.

De analyseresultaten tonen aan dat alleen in monster leverpastei B een Cochran straggler voor laboratorium 10 wordt genoteerd.

Het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpastei A is 7862  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De interlaboratorium standaardafwijking (1809  $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 4244 en 11480  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $\text{RSD}_R$  (23,01%) is significant hoger dan het Horwitz criterium (8,28%).

Het gemiddeld gehalte vitamine A in leverpastei B is 2525  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De interlaboratorium standaardafwijking (576  $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 1373 en 3677  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $\text{RSD}_R$  (22,8%) is significant hoger dan het Horwitz criterium (13,9%).

De gemiddelde waarden van vitamine A van beide monsters leverpastei liggen ver uit elkaar. De  $\text{RSD}_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria tonen aan dat er een grotere spreiding is in de resultaten van de beide monsters leverpastei.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van vitamine A in de monsters leverpastei hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die buiten het vooropgestelde criterium valt. De laboratoria zullen hun analytische methoden moeten bijstellen om de spreiding van de analyseresultaten te verminderen. Het vastleggen van meetprogramma's met criteria van kwaliteitsborging voor standaarden, blanco's en referentiematerialen is een absolute noodzaak.
- ❖ De  $\text{RSD}_R$  waarden van vitamine A beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is ongeveer 75% van de gemiddelde waarde. Deze afwijking is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van vitamine A in leverpastei kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

- *Vitamine B1 in volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van vitamine B1 in volkorenbloem zijn samengevat in tabellen 36 a en b.

De analysemethoden gebruikt door de laboratoria omvatten een enzymatische digestie van het test materiaal al dan niet gecombineerd met een zure hydrolyse, eventueel een derivatisatie en een bepaling van vitamine B1 met behulp van de HPLC – Fluorescentie techniek. De modaliteiten waaronder de digestie, hydrolyse, derivatisatie en meting werd uitgevoerd verschillen sterk van laboratorium tot laboratorium.

Er werden geen Cochran en Grubbs outliers en stragglers waargenomen voor de analyseresultaten van deze testmaterialen.

Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem A is 339,3 µg/100g. De interlaboratorium standaardafwijking (53,9 µg/100g) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 231,5 en 447,1 µg/100g. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (15,89%) is hoger dan het Horwitz criterium (13,27%).

Het gemiddeld gehalte vitamine B1 in volkorenbloem B is 357,9 µg/100g. De interlaboratorium standaardafwijking (47,3 µg/100g) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 263,3 en 452,5 µg/100g. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (13,2%) is gelijk aan het Horwitz criterium (13,2%).

De gemiddelde waarden van vitamine B1 van beide monsters volkorenbloem liggen dicht bij elkaar. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden praktisch aan het Horwitz criterium. Dit betekent dat de spreiding van de resultaten tussen de laboratoria binnen een aanvaardbare range valt.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

**BESLUIT:**

- ❖ **De resultaten van vitamine B1 in de monsters volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die voor het testmateriaal A buiten en voor het testmateriaal B binnen het vooropgestelde criterium valt. Het is aanbevolen dat de laboratoria hun analytische methoden nog verfijnen om de spreiding van de analyseresultaten tussen de laboratoria te verminderen.**

- ❖ De  $RSD_R$  waarde van vitamine B1 in het monster volkorenbloem A beantwoordt niet aan het criterium van Horwitz, in het monster volkorenbloem B echter wel. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is meer dan 30% van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van vitamine B1 in volkorenbloem niet aanbevolen worden voor normalisatie. Er zullen nieuwe ringtesten moeten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.
- *Vitamine B2 in drinkyoghurt*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van vitamine B2 in drinkyoghurt zijn samengevat in tabellen 37 a en b. De analysemethoden gebruikt door de laboratoria omvatten meestal een enzymatische digestie van het test materiaal al dan niet gecombineerd met een zure hydrolyse, eventueel een extractie met chloroform en een bepaling van vitamine B1 met behulp van de HPLC – Fluorescentie techniek. De modaliteiten waaronder de digestie, hydrolyse, extractie en meting werd uitgevoerd verschillen sterk van laboratorium tot laboratorium.

Er werd alleen voor laboratorium 3 een Cochran outlier in de resultaten van het monster drinkyoghurt A waargenomen. De resultaten van dit laboratorium werden echter weerhouden bij de berekening van de statistische parameters.

Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in drinkyoghurt A is 117,96  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De interlaboratorium standaardafwijking (24,96  $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 68,04 en 167,9  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (21,16%) is hoger dan het Horwitz criterium (15,56%).

Het gemiddeld gehalte vitamine B2 in drinkyoghurt B is 113,9  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De interlaboratorium standaardafwijking (24,95  $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 64 en 163,8  $\mu\text{g}/100\text{g}$ . De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (21,91%) is hoger dan het Horwitz criterium (15,67%).

De gemiddelde waarden van vitamine B2 van beide monsters drinkyoghurt liggen dicht bij elkaar.

De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden niet aan het Horwitz criterium. Dit betekent dat de spreiding van de resultaten tussen de laboratoria te groot is.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van vitamine B2 in de monsters drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die buiten het vooropgestelde criterium valt. De laboratoria zullen hun analytische methoden moeten bijstellen om de spreiding van de analyseresultaten te verminderen. Het vastleggen van meetprogramma's met criteria van kwaliteitsborging voor standaarden, blanco's en referentiematerialen is een absolute noodzaak.
- ❖ De  $RSD_R$  waarde van vitamine B2 in de monsters drinkyoghurt beantwoordt niet aan het criterium van Horwitz. De reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is 59% van de gemiddelde waarde. Deze afwijking heeft tot gevolg dat de gebruikte methoden voor de bepaling van vitamine B2 in drinkyoghurt niet kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

#### **3.2.4 Mineralen**

De analysemethoden gebruikt door de laboratoria omvatten meestal een destructiestap bestaande uit een droge verassing, een natte verassing, een verassing in een microgolfoven of in een gesloten bom. De meest gebruikte meettechniek was atomaire absorptie vlamspectrofotometrie. Sommige laboratoria hebben de inducted coupled plasma spectrometrie (ICP) toegepast. De voorwaarden waaronder de destructie en de meting werden uitgevoerd verschillen sterk van laboratorium tot laboratorium.

- *Magnesium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van magnesium in bovenvermelde testmaterialen zijn samengevat in tabellen 38, 43 en 48.

In het monster gelyofiliseerde spinazie A werd alleen een Cochran straggler bij het laboratorium 1 waargenomen. De andere resultaten bevatten geen outliers of stragglers.

Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie A is 4114 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (340 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 3434 en 4794 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,26%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,56%).

Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie B is 4173 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (358 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 3457 en 4889 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,57%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,56%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van magnesium in de monsters gelyofiliseerde spinazie hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is 20% van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van magnesium in gelyofiliseerde spinazie niet aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden



In het monster gelyofiliseerde drinkyoghurt werd in het staal A een Cochran outlier bij het laboratorium 2 waargenomen en een Cochran straggler in monster B bij het laboratorium 9.

Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde drinkyoghurt A is 996 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (77 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 842 en 1150 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,73%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,66%).

Het gemiddeld gehalte magnesium in gelyofiliseerde drinkyoghurt B is 980 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (84 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 812 en 1148 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,57%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,66%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van magnesium in de monsters gelyofiliseerde drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is meer dan 20% van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van magnesium in drinkyoghurt niet aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

In het monster verse volkorenbloem werd in het staal A een Cochran outlier bij het laboratorium 3 waargenomen. Voor de andere resultaten werden geen Cochran of Grubbs outliers of stragglers waargenomen.

Het gemiddeld gehalte magnesium in verse volkorenbloem A is 728 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (50 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 628 en 828 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (6,88%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,66%).

Het gemiddeld gehalte magnesium in verse volkorenbloem B is 742 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (53 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 636 en 848 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,19%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,66%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van verse volkorenbloem praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van magnesium in de monsters verse volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is circa 20% van de gemiddelde waarde. Dit betekent dat de gebruikte methoden voor de bepaling van magnesium in verse volkorenbloem niet kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

- *Calcium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van calcium in bovenvermelde testmaterialen zijn samengevat in tabellen 39, 44 en 49.

In de monsters gelyofiliseerde spinazie A en B werden voor de bekomen resultaten geen Cochran en Grubb outliers en stragglers gevonden.

Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie A is 18909 mg/kg. Deze gemiddelde waarde is significant lager dan de waarde van het pilootlaboratorium (24142 mg/kg). De interlaboratorium standaardafwijking (4659 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9591 en 28227 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (24,64%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,63%).

Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie B is 18179 mg/kg. Deze gemiddelde waarde is significant lager dan de waarde van het pilootlaboratorium (23790 mg/kg). De interlaboratorium standaardafwijking (4346 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9487 en 26871 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (23,9%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,66%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ **Er is consistentie met betrekking tot de resultaten van de statistische parameters voor beide monsters gelyofiliseerde spinazie**
- ❖ **De resultaten van calcium in de monsters gelyofiliseerde spinazie hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die buiten het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten met een grote spreiding kunnen bekomen.**
- ❖ **De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is circa 70% van de gemiddelde waarde.**

**Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van calcium in gelyofiliseerde spinazie niet aanbevolen worden voor normalisatie.**

**Het is dus aangewezen om nieuwe ringtesten te organiseren waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.**

- ❖ **Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden**

In het monster gelyofiliseerde drinkyoghurt werd in het staal A een Cochran straggler waargenomen voor de resultaten van laboratorium 11, een enkelvoudige Grubbs outlier en een dubbele Grubbs straggler voor de resultaten van laboratorium 6. In het staal B werd een enkelvoudige en een dubbele Grubbs outlier waargenomen bij de resultaten van het laboratorium 6. Bijgevolg werden de resultaten van het laboratorium 6 niet in aanmerking genomen voor de beoordeling van de resultaten.

Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde drinkyoghurt A is 10802 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (828 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9146 en 12458 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,66%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,94%).

Het gemiddeld gehalte calcium in gelyofiliseerde drinkyoghurt B is 10788 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (851 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9086 en 12490 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,89%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,94%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde drinkyoghurt praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ **De resultaten van calcium in de monsters gelyofiliseerde drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.**

- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is 20% van de gemiddelde waarde.  
Deze afwijking is te groot omdat de gebruikte methoden voor de bepaling van calcium in gelyofiliseerde drinkyoghurt kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.
- ❖ Het laboratorium 6 kan voorlopig niet in aanmerking genomen worden om dit type van analyses uit te voeren waarvan de resultaten in de NUBEL voedingsmiddelentabel worden opgenomen.

In het monster verse volkorenbloem werd in het staal B een dubbele Grubbs straggler waargenomen.

Het gemiddeld gehalte calcium in verse volkorenbloem A is 378,3 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (33,6 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 311,1 en 445,5 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,88%) is hoger dan het Horwitz criterium (6,54%).

Het gemiddeld gehalte calcium in verse volkorenbloem B is 370,4 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (37,3 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 295,8 en 445,0 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (6,54%) is hoger dan het Horwitz criterium (6,59%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van verse volkorenbloem praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden voor staal B aan het Horwitz criterium, echter niet voor het staal A.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

## **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van calcium in de monsters verse volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden aan het criterium van Horwitz voor staal A, echter niet voor staal B. De limieten van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria zijn 8,6% voor staal A en 28,1% voor staal B ten opzichte van de gemiddelde waarde. Wegens een dergelijk verschil in reproduceerbaarheid van de resultaten voor dezelfde methoden gebruikt in dezelfde soort testmaterialen kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van calcium in verse volkorenbloem niet aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

- *Kalium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van kalium in bovenvermelde testmaterialen zijn samengevat in tabellen 40, 45 en 50.

Er werden geen Cochran en Grubb outliers en stragglers gevonden in de resultaten van de geanalyseerde lyofiliseerde spinazie monsters.

Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde spinazie A is 37266 mg/kg. Deze gemiddelde waarde is significant lager dan de waarde van het pilootlaboratorium (42710 mg/kg). De interlaboratorium standaardafwijking (4657 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 27952 en 46580 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (12,5%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,3%).

Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde spinazie B is 36671 mg/kg. Deze gemiddelde waarde is significant lager dan de waarde van het pilootlaboratorium (41912 mg/kg). De interlaboratorium standaardafwijking (5523 mg/kg) is gelijk aan het criterium van 15%.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 25625 en 47717 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (16,06%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,29%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ Er is consistentie met betrekking tot de resultaten van de statistische parameters voor beide monsters gelyofiliseerde spinazie
- ❖ De resultaten van kalium in de monsters gelyofiliseerde spinazie hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is circa 35% van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van kalium in gelyofiliseerde spinazie niet aanbevolen worden voor normalisatie. Het is dus aangewezen om nieuwe ringtesten te organiseren waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden

In het monster gelyofiliseerde drinkyoghurt werd zowel in het staal A als B een Cochran straggler waargenomen voor de resultaten van laboratorium 2. De andere resultaten bevatten geen Cochran of Grubbs stragglers of outliers.

Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde drinkyoghurt A is 14189 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (1993 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 10203 en 18175 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (14,0%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,8%).

Het gemiddeld gehalte kalium in gelyofiliseerde drinkyoghurt B is 14008 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (2057 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 9894 en 18122 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (14,7%) is hoger dan het Horwitz criterium (3,8%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde drinkyoghurt praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen. De z-score van het laboratorium 5 benadert wel de waarde 2 voor de beide testmaterialen gelyofiliseerde drinkyoghurt.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van kalium in de monsters gelyofiliseerde drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die binnen het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is 39% van de gemiddelde waarde. Deze afwijking is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van kalium in gelyofiliseerde drinkyoghurt kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden.

In het monster verse volkorenbloem werd in het staal B een dubbele Grubbs straggler waargenomen voor de resultaten van de laboratoria 4 en 5.

Het gemiddeld gehalte kalium in verse volkorenbloem A is 2914 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (505 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 1904 en 3924 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (17,33%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,82%).



Het gemiddeld gehalte kalium in verse volkorenbloem B is 2928 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (522 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 1884 en 3972 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (17,84%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,79%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van verse volkorenbloem praktisch volkomen gelijk. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden niet aan het Horwitz criterium.

Het laboratorium heeft voor zijn resultaten in de beide monsters volkorenbloem een z-score die hoger is dan 2.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van kalium in de monsters verse volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die buiten het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten kunnen bekomen die niet binnen een aanvaardbare spreiding liggen.
  - ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide monsters verse volkorenbloem beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is circa 50% ten opzichte van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van kalium in verse volkorenbloem niet aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
  - ❖ De resultaten van het laboratorium 4 kunnen niet weerhouden worden voor opname in de voedingsmiddelen tabel NUBEL.
- *Natrium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van natrium in bovenvermelde testmaterialen zijn samengevat in tabellen 41, 46 en 51.

Er werd een Cochran outlier en een enkelvoudige Grubb straggler voor de resultaten van laboratorium 2 waargenomen.

Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde spinazie A is 1140 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (359 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 422 en 1858 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (31,5%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,5%).

Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde spinazie B is 1137 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (270 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 597 en 1677 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (23,75%) is hoger dan het Horwitz criterium (5,54%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie consistent. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Er werden geen z-scores hoger dan 2 waargenomen.

#### **BESLUIT:**

- ❖ Er is consistentie met betrekking tot de resultaten van de statistische parameters voor beide monsters gelyofiliseerde spinazie
- ❖ De resultaten van natrium in de monsters gelyofiliseerde spinazie hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die buiten het vooropgestelde criterium valt. Dit betekent dat de laboratoria voor dit type van analyses resultaten bekomen met een onaanvaardbare spreiding.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is 66 tot 88% van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van natrium in gelyofiliseerde spinazie niet aanbevolen worden voor normalisatie. Het is dus aangewezen om nieuwe ringtesten te organiseren waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien de laboratoria een z-score kleiner dan 2 hebben, kunnen de analyseresultaten van deze laboratoria voorlopig in de NUBEL voedingsmiddelentabel opgenomen worden

In het monster gelyofiliseerde drinkyoghurt werd zowel in het staal A als B een enkelvoudige en dubbele Grubbs outlier voor de resultaten van het laboratorium 7 waargenomen. Bovendien werd in staal B een Cochran straggler waargenomen voor de resultaten van laboratorium 7.

Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde drinkyoghurt A is 4183 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (342 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 3499 en 4867 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (8,18%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,56%).

Het gemiddeld gehalte natrium in gelyofiliseerde drinkyoghurt B is 3970 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (777 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 2416 en 5524 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (19,6%) is hoger dan het Horwitz criterium (4,6%).

Er is geen consistentie tussen de berekende statistische parameters van de beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde drinkyoghurt. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Het laboratorium 7 heeft een z-score van 2,12 voor de resultaten van natrium in gelyofiliseerde drinkyoghurt A.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van de statistische parameters, berekend op de resultaten van de beide geanalyseerde stalen drinkyoghurt, zijn niet consistent.
- ❖ De resultaten van natrium in de monsters gelyofiliseerde drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die voor het staal A binnen en voor het staal B buiten het vooropgestelde criterium valt. Aangezien de gevonden gemiddelde waarden van dezelfde grootte-orde zijn, betekent dit dat de methoden onvoldoende gevalideerd zijn of niet met de vereiste kwaliteitsborging worden uitgevoerd.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is voor het staal A 23% en voor het staal B 55% van de gemiddelde waarde.

- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide monsters verse volkorenbloem beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz.

De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is circa 45% ten opzichte van de gemiddelde waarde. Bijgevolg kunnen de gebruikte methoden voor de bepaling van natrium in verse volkorenbloem niet aanbevolen worden voor normalisatie.

Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.

- ❖ Aangezien alle laboratoria een z-score hebben kleiner dan 2, kunnen de resultaten van alle deelnemende laboratoria voorlopig opgenomen worden in de voedingsmiddelentabel NUBEL.

- *Zink in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem*

De gegevens van het interlaboratoriumonderzoek voor de berekening van natrium in bovenvermelde testmaterialen zijn samengevat in tabellen 42, 47 en 52.

De resultaten van het laboratorium 5 bevatten een Cochran outlier voor het analysestaal A. In het analysestaal B wordt een Cochran outlier gevonden voor het laboratorium 5, een enkelvoudige Grubb outlier voor de resultaten van het laboratorium 3 en een dubbele Grubb straggler voor de resultaten van de laboratoria 3 en 5. De resultaten van het laboratorium 3 werden geëlimineerd.

Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde spinazie A is 112,26 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (21,73 mg/kg) valt buiten het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 68,8 en 115,72 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (19,36%) is hoger dan het Horwitz criterium (7,84%).

Het gemiddeld gehalte zink in gelyofiliseerde spinazie B is 120,43 mg/kg. De interlaboratorium standaardafwijking (8,75 mg/kg) valt binnen het criterium van 15%. De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 102,93 en 137,93 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (7,26%) is hoger dan het Horwitz criterium (7,78%).

De berekende statistische parameters zijn voor beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde spinazie niet consistent. Niettegenstaande de gemiddelde waarden in beide monsters equivalent zijn, toch stellen we vast dat de waarden van de statistische waarden significant verschillend zijn.

De 95% betrouwbaarheidsgrenzen kunnen verwacht worden tussen 18,94 en 52,86 mg/kg. De waarde van de relatieve reproduceerbaarheid standaardafwijking  $RSD_R$  (23,62%) is hoger dan het Horwitz criterium (9,32%).

Met uitzondering van de berekende gemiddelde waarden, is er geen consistentie tussen de berekende statistische parameters van de beide geanalyseerde testmaterialen van gelyofiliseerde drinkyoghurt. De  $RSD_R$  waarden van de resultaten van de laboratoria beantwoorden echter niet aan het Horwitz criterium.

Het laboratorium 3 heeft een z-score van  $-2,33$  voor de resultaten van zink in gelyofiliseerde drinkyoghurt A.

#### **BESLUIT:**

- ❖ De resultaten van de statistische parameters, berekend op de resultaten van de beide geanalyseerde stalen drinkyoghurt, zijn niet consistent.
- ❖ De resultaten van zink in de monsters gelyofiliseerde drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die voor de stalen A en B buiten het vooropgestelde criterium valt. Aangezien de gevonden gemiddelde waarden van dezelfde grootte-orde zijn, betekent dit dat de methoden onvoldoende gevalideerd zijn of niet met de vereiste kwaliteitsborging worden uitgevoerd.
- ❖ De  $RSD_R$  waarden, berekend op de resultaten van beide gelyofiliseerde monsters beantwoorden niet aan het criterium van Horwitz. De limiet van de reproduceerbaarheid van de resultaten van de laboratoria is voor het staal A 43% en voor het staal B 66% van de gemiddelde waarde. Deze afwijking is te groot opdat de gebruikte methoden voor de bepaling van zink in gelyofiliseerde drinkyoghurt kunnen aanbevolen worden voor normalisatie. Bijgevolg moeten nieuwe ringtesten georganiseerd worden waarbij de laboratoria enerzijds een opgelegde methode en anderzijds hun eigen gevalideerde methode kunnen toepassen.
- ❖ Aangezien het laboratorium 3 een z-score heeft van  $-2,33$ , kunnen de resultaten van zink in melkproducten niet aanvaard worden voor publicatie.

In het monster verse volkorenbloem werd in het staal A een Cochran straggler waargenomen voor de resultaten van het laboratorium 5. In het staal B werd een Cochran straggler waargenomen voor de resultaten van het laboratorium 1 en een dubbele Grubb outlier voor de resultaten van het laboratorium 1. De resultaten van het laboratorium werden geëlimineerd.

#### **4. BESLUITEN EN AANBEVELINGEN**

De resultaten van het onderzoek hebben aangetoond dat de organisatie van ringtesten om nutriënten in eetwaren te bepalen een noodzakelijke vereiste is. Homogeniteit en stabiliteitstesten moeten uitgevoerd worden om informatie te verzekeren dat de monsters eetwaren tijdens transport en opslag en vóór, tijdens en na de analyse homogeen en stabiel blijven.

Dit project heeft verder aangetoond dat de resultaten van verschillende nutriënten in diverse eetwaren voor hetzelfde type testmateriaal in en tussen de laboratoria dermate verspreide resultaten kunnen opleveren dat de betrouwbaarheid van de analyseresultaten voor sommige laboratoria sterk in vraag moet gesteld worden. In dit verband is het absoluut noodzakelijk dat de laboratoria voor het uitvoeren van hun analyses gebruik maken van gevalideerde analysemethoden en voor elke reeks analyses een wetenschappelijk onderbouwd meetprogramma opstellen met duidelijke criteria van kwaliteitsborging ten einde de validiteit te verzekeren.

Gezien de spreiding van de resultaten van sommige nutriënten in verschillende eetwaren is het aangewezen om nieuwe ringtesten te organiseren waarbij alle laboratoria de analyses zouden moeten uitvoeren met een opgelegde methode en met eigen gevalideerde methoden waarmede ze ervaring hebben opgedaan.

Op basis van de evaluatie van de analyseresultaten is het noodzakelijk dit project verder uit te werken en beperkte ringtesten te organiseren waaruit methoden kunnen gedistilleerd worden die voor normalisatie kunnen in aanmerking komen. In deze context is het echter noodzakelijk dat de validatie van de methoden en het meetprogramma die de deelnemende laboratoria wensen te gebruiken vooraf beoordeeld worden door gekwalificeerde auditeurs.

Er werd afgesproken dat elk laboratorium zijn eigen gevalideerde methode mocht gebruiken en dat voor elk testmateriaal drie analyses moesten uitgevoerd worden. Om de resultaten van dit interlaboratoriumonderzoek statistisch te kunnen verwerken dienden resultaten van ten minste 8 laboratoria beschikbaar te zijn.

- ❖ Statistische verwerking: om de resultaten van de homogeniteit- en stabiliteitstesten en van het interlaboratoriumonderzoek te verwerken, werden de criteria van de standaard ISO 5725 – 1 tot 6 gebruikt en werd de one way ANOVA test toegepast.
- ❖ Kwaliteitsborging: binnen het project werd op de volgende punten qua kwaliteitszorg bijzondere aandacht besteed:
  - Monsterneming en het vervoer van monsters
  - Validatie van de toegepaste analysemethoden en de evaluatie van de resultaten van de homogeniteit- en stabiliteitstesten
  - Organisatie en uitvoering van de interlaboratorium onderzoeken
  - Verwerking en rapportering van de analysegegevens

De homogeniteitstesten leverden de volgende resultaten op:

- De limieten van herhaalbaarheid voor de bepaling van het vetgehalte in leverpastei en speculaas zijn respectievelijk 1,32 en 0,89% vetgehalte en duidelijk lager dan het vooropgesteld criterium van 3%. Vandaar dat kan besloten worden dat het vetgehalte in vermelde testmaterialen homogeen verdeeld is.
- Voor de bepaling van de vetzuren werd vooraf het vet geëxtraheerd na enzymatische hydrolyse. Er werd een interne standaard toegevoegd om verliezen tijdens het filtreren, afgieten, scheiden en wassen te compenseren. Vervolgens worden de vetzuren veresterd door methylering en gaschromatografisch bepaald. De limieten van herhaalbaarheid voor de bepaling van de vetzuren in leverpastei en speculaas zijn maximum 2%. Aangezien een variantie van 3% vetzuur als criterium voor homogeniteit is vooropgesteld kunnen we op basis van de berekende waarden voor de limieten van herhaalbaarheid stellen dat de vetzuren in de monsters leverpastei en speculaas homogeen verdeeld zijn.
- Voor de bepaling van vitaminen in de testmaterialen leverpastei, drinkyoghurt en volkorenbloem werden de testmaterialen gehydrolyseerd en daarna geëxtraheerd of gederivatiseerd. De bepaling van de vitaminen A, B1 en B2 werd uitgevoerd met behulp van hoge druk vloeistof chromatografie en ultraviolet spectroscopie (vitamine A) en fluorescentie (vitaminen B1 en B2). De limiet van herhaalbaarheid is het kleinst is voor de bepaling van vitamine B2 in yoghurtdrink en het grootst voor de bepaling van vitamine A in leverpastei. Alhoewel de limieten van herhaalbaarheid hoger liggen dan het criterium voor homogeniteit van 3%, toch beschouwen we de verdeling van de vitaminen B1, B2 en A in de diverse matrices als homogeen aangezien er aan de criteria van Horwitz is voldaan.

Wat de resultaten van vitamine B1 in de monsters volkorenbloem betreft hebben we geen consistentie met betrekking tot de statistische parameters interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  en de  $RSD_R$  waarde. Voor het monster A zijn de criteria niet voldaan, voor het monster B daarentegen wel. Het opnieuw valideren van de toegepaste methoden is aangewezen.

De resultaten van vitamine B2 beantwoorden niet aan de criteria met betrekking tot de statistische parameters interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  en de  $RSD_R$  waarde. Alle laboratoria hebben een z-score die lager is dan 2.

De resultaten van magnesium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en in verse volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die beantwoordt aan het vooropgesteld criterium van 15%. De  $RSD_R$  waarden daarentegen voldoen niet aan het Horwitz criterium. Alle laboratoria hebben een z-score lager dan 2.

De interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$ , berekend op de resultaten van calcium in diverse testmaterialen, beantwoordt aan het vooropgesteld criterium van 15% voor de resultaten van gelyofiliseerde drinkyoghurt en verse volkorenbloem, echter niet voor gelyofiliseerde spinazie.

De  $RSD_R$  waarden daarentegen voldoen niet aan het Horwitz criterium voor de resultaten van gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt en verse volkorenbloem B, maar niet voor verse volkorenbloem A. Met uitzondering van de resultaten van laboratorium 6 in drinkyoghurt hebben de andere laboratoria een z-score die lager is dan 2. De resultaten van kalium in gelyofiliseerde spinazie en drinkyoghurt hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die beantwoordt aan het vooropgesteld criterium van 15%. Dit is echter niet het geval voor de resultaten bekomen in verse volkorenbloem. De  $RSD_R$  waarden voldoen niet aan het Horwitz criterium. Met uitzondering van het laboratorium 4 voor wat de resultaten van verse volkorenbloem betreft, hebben alle andere laboratoria een z-score lager dan 2.

De resultaten van natrium in gelyofiliseerde spinazie en verse volkorenbloem hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die beantwoordt aan het vooropgesteld criterium van 15%. Dit is ook het geval voor de resultaten bekomen in monster gelyofiliseerde drinkyoghurt A, maar niet in het monster B. De  $RSD_R$  waarden voldoen niet aan het Horwitz criterium. Met uitzondering van het laboratorium 7 voor wat de resultaten van gelyofiliseerde drinkyoghurt betreft, hebben alle andere laboratoria een z-score lager dan 2. De resultaten van zink hebben een interlaboratorium standaardafwijking  $s_R$  die voor gelyofiliseerde spinazie staal B, gelyofiliseerde drinkyoghurt en verse volkorenbloem niet beantwoordt aan het vooropgesteld criterium van 15%. Dit is echter wel het geval voor de resultaten bekomen in monster gelyofiliseerde spinazie A. De  $RSD_R$  waarden voldoen niet aan het Horwitz criterium. Voor de resultaten van gelyofiliseerde drinkyoghurt en verse volkorenbloem hebben respectievelijk de laboratoria 3 en 6 een z-score hoger dan 2. Voor de andere resultaten hebben de laboratoria een z-score lager dan 2.



## **5. SYNTHÈSE DE LA RECHERCHE**

En 1996 il a été décidé par le conseil d'administration de l'a.s.b.l. NUBEL en accord avec le Conseil Scientifique d'introduire un projet de recherche concernant les procédures de normalisation et les systèmes de contrôle de qualité pour des données d'analyse dans le tableau alimentaire belge dans le cadre du programme d'appui scientifique de la normalisation, partie II, au Service des Questions Techniques et Culturelles(SQTC).

L'intérêt de cette étude était concentré sur l'acquisition d'information sur des méthodes d'analyse qui peuvent être utilisées pour d'obtenir des résultats fiables des éléments nutritifs dans diverses denrées que les acteurs peuvent utiliser pour mener une politique efficace concernant la production, la législation et la consommation de denrées.

Pour pouvoir effectuer une étude, un plan a été rédigé avec les phases suivantes:

- Le choix des éléments nutritifs dans des denrées bien déterminées. Ici on a tenu compte de la pertinence de la santé publique, la validation d'une technique d'analyse spécifique et la disponibilité de laboratoires. Dans le groupe d'experts, il a été décidé d'étudier les éléments nutritifs suivants: la graisse, les acides sébaciques, les vitamines A, B1 et B2 et les minéraux Mg, Ca, K, Na et Zn dans du pâté de foie, du spéculoos, de la farine au son et du yaourt à boire.
- Echantillonnage: il a été rédigé un protocole d'échantillonnage qui devait être rempli par les échantillonneurs afin d'obtenir de l'information concernant l'échantillonneur, le laboratoire, l'échantillon, les spécifications techniques imposées par le laboratoire, le transport ou l'expédition des échantillons et la réception, l'enregistrement, le stockage et le traitement des échantillons.
- Effectuer des tests de stabilité et d'homogénéité. La mission des trois laboratoires pilotes était d'examiner l'homogénéité et la stabilité des diverses matières à tester sur leurs éléments nutritifs spécifiques afin de fixer sous quelles conditions les échantillons pour la recherche interlaboratoire doivent être transportés ou expédiés et de définir le laps de temps dans lequel les matières à tester doivent être analysées. Pour l'homogénéité, au moins 6 échantillons de chaque matière à tester devaient être analysés sous les mêmes conditions d'essai et être traités statistiquement. Pour la stabilité, les matières à tester ont été examinées sous différentes conditions d'environnement et temps de conservation. Ces données ont aussi été traitées statistiquement.
- Recherche interlaboratoire: les matières à tester sont préparées et homogénéisées par les laboratoires pilotes et, sous conditions déterminées, mises à la disposition des laboratoires participants. Il a été convenu que chaque laboratoire pouvait utiliser sa propre méthode validée et que trois analyses devaient être effectuées pour chaque matière à analyser. Pour traiter statistiquement les résultats de cette recherche interlaboratoire, les résultats d'au moins 8 laboratoires devaient être disponibles.

Les résultats de la recherche ont démontré que les minéraux Mg, Ca, K et Z sont répartis de façon plus homogène dans les épinards lyophilisés que dans les épinards frais. Pour le Na, l'inverse est constaté. Cela est confirmé par les valeurs de la déviation standard du renouvellement possible relatif qui pour les échantillons lyophilisés est 3 à 10 fois meilleure que pour les échantillons frais. Les critères de Horwitz sont remplis dans les deux cas. Les valeurs RSD, répondent aux critères de Horwitz pour les minéraux Mg, Ca et Zn. Pour les minéraux, ces critères de Horwitz sont légèrement dépassés. Sur base de ces données, il a été décidé que les minéraux dans les matières testées étaient répartis de façon homogène.

Les résultats du test de stabilité peuvent être résumés comme suit :

- Pour la détermination du taux de graisse, la matière à tester dans le pâté de foie a été conservée à une température de frigo (2-5°C) pendant 30 jours et à température de congélation (-18°C) pendant 25 semaines. Sur base du calcul de la période de demi-valeur, il peut être conclu que le taux de graisse ne diffère pas de façon significative en fonction du temps de conservation. Avec le « one way test ANOVA », la ratio-F a été déterminée d'où il est apparu qu'il n'y avait pas de différences significatives pour le taux de graisse de la matière à tester, conservée à température du frigo ou du congélateur. Les matières à tester du spéculos ont été conservées à température de chambre, à 37°C et à température de frigo. Sur base du calcul de temps de demi-valeur, il peut être conclu que le taux de graisse ne diffère pas de façon significative en fonction du temps de conservation.  
Avec le « one way test ANOVA », la ratio-F a été déterminée d'où il est apparu qu'il n'y avait pas de différences significatives pour le taux de graisse de la matière testée, conservée à 37°C, température ambiante et du frigo.
- Les résultats de la détermination d'acide saturé, monosaturé, polysaturé et d'acide gras 'trans' dans le pâté de foie et le spéculos démontrent que les taux d'acides gras respectifs ne se modifient pas de façon significative en fonction du temps de conservation (temps de demi-valeur) et des conditions de stockage (ratios-F).
- Pour la vitamine B1, il y a une tendance décroissante du taux moyen de vitamine B1 dans la farine au son en fonction d'une température décroissante selon laquelle les échantillons de farine au son sont conservés. Les résultats du test ANOVA démontrent que l'hypothèse zéro est de vigueur où les résultats mesurés des vitamines A, B1 et B2 dans les diverses matières à tester, conservées sous des conditions de températures différentes, ne diffèrent pas de façon significative des résultats obtenus à des moments différents de l'analyse. Le taux de vitamine A, B1 et B2 dans les diverses matières testées restent stables sur base du calcul du temps de demi-valeur pendant une période d'au moins 90 jours.

Les résultats de la vitamine B2 ne répondent pas aux critères en rapport avec les paramètres statistiques de la déviation standard interlaboratoire  $S_r$  et la valeur  $RSD_r$ . Tous les laboratoires ont un score plus bas que 2.

- Les résultats de magnésium dans des épinards lyophilisés, dans du yaourt à boire et dans de la farine au son ont une déviation standard interlaboratoire  $S_r$  qui répond au critère posé comme principe de 15%. Les valeurs  $RSD_r$  en revanche ne répondent pas au critère Horwitz. Tous les laboratoires ont un score plus bas que 2.

La déviation standard interlaboratoire  $S_r$ , calculée sur les résultats de calcium dans diverses matières testées répond au critère présumé de 15% pour les résultats de yaourt à boire lyophilisé et de la farine au son fraîche, mais pas pour des épinards lyophilisés. Les valeurs  $RSD_r$  en revanche ne répondent pas au critère de Horwitz pour les résultats des épinards lyophilisés et du yaourt à boire et de la farine au son fraîche B, mais pas pour de la farine au son fraîche A. Tous les autres laboratoires ont un score plus bas que 2 à l'exception des résultats du laboratoire 6 pour le yaourt à boire.

Les résultats de kalium dans des épinards lyophilisés et du yaourt à boire ont une déviation standard interlaboratoire  $S_r$  qui répond au critère présumé de 15%. Cela n'est cependant pas le cas pour les résultats obtenus dans de la farine au son fraîche. Les valeurs  $RSD_r$  ne répondent pas au critère de Horwitz. En ce qui concerne les résultats de la farine au son fraîche, tous les autres laboratoires ont un score  $z$  plus bas que 2 à l'exception du laboratoire 4.

Les résultats de Zn ont une déviation standard interlaboratoire  $S_r$  qui pour les épinards lyophilisés de l'échantillon B, le yaourt à boire lyophilisé et de la farine au son fraîche ne répond pas au critère présumé de 15%. Cela est cependant le cas pour les résultats obtenus dans l'échantillon des épinards lyophilisés A. Les valeurs  $RSD_r$  ne répondent pas au critère de Horwitz. Pour les résultats du yaourt à boire et de la farine fraîche, les laboratoires 3 et 6 ont respectivement un score  $z$  plus haut que 2. Pour les autres résultats, les laboratoires ont un score  $z$  plus bas que 2.

De cette recherche, il résulte que les éléments nutritifs sont répartis de façon homogène dans les matrices examinées et qu'ils sont stables en fonction du temps et des conditions de conservation, comme il a été déterminé par les trois laboratoires pilotes. Les résultats de la recherche interlaboratoire démontrent cependant que le critère pour la déviation standard interlaboratoire  $S_r$  et le critère de Horwitz pour la reproductibilité de la déviation standard interlaboratoire  $RSD_r$  lors de l'analyse des éléments nutritifs dans diverses matières testées n'est pas le plus souvent pas remplis. Par conséquent, il est nécessaire que les laboratoires contrôlent à nouveau la validation des méthodes utilisées et qu'ils travaillent en continu avec des programmes de mesurage où pour divers éléments tels que les standards, les blancs, les échantillons de contrôle, e.a. des critères indiscutables pour le contrôle de qualité soient fixés. L'usage de matières de référence certifiées, si disponibles, est ici indispensable.

## Summary of the study-project

In 1996 the board of commission of the "vzw NUBEL" decided by mutual agreement with the scientific commission to set up a study-project concerning normalization procedures and systems of quality assurance for data analysis in the Belgian **food consumption table**. This project was submitted under the terms of the scientific support-program for normalization, Section II, of the service of scientifically, technical and cultural affairs.

The aim of this study was to obtain information about the methods of analysis that can be used to get reliable results of nutrients in different kinds of food. The results can be helpful to pursue a production-, legislation- and food-consumption policy.

To realize such a study, a plan was set up according the following phases:

- Selection of nutrients in certain food materials: taken into consideration the relevance of public health, the validation of specific techniques of analysis and the availability of the laboratories. The group of experts decided to make a study of certain nutrients like fat, fatty acids, vitamin A, B1, B2 and minerals Mg, Ca, K, Na and Zn in liver paste, biscuit, whole-wheat and drinking yoghurt.
- Sampling: a sampling protocol was set up. This protocol had to be filled in by the sampler so we were able to collect information about the sampler, the lab, the sample, technical specifications imposed by the lab, transportation, dispatching, reception, registration, preservation and treatment of the samples.
- Execution of stability and homogeneity tests: three **pilot laboratories** had to investigate the homogeneity and stability of specific nutrients in different testing materials. This was necessary to determine the circumstances on which the samples had to be transported or sent and the delay time in which the test materials have to be analyzed. To perform homogeneity tests at least 6 samples of each test material had to be analyzed under the same circumstances and the results had to be statistically processed. To perform stability tests, the test materials were analyzed under different circumstances and preservation delays. These results needed a statistically interpretation.
- Interlaboratory tests: the test materials were prepared and homogenized by the **pilot laboratories**. The test materials were transported to the participating laboratories under well-defined circumstances. It was decided that each laboratory could use their own validated methods and that for each test material three analysis had to be performed. To be able to make a statistically evaluation of the interlaboratory tests, at least 8 laboratories had to submit their results.
- Statistical evaluation: The criteria of the standard ISO 5725-1 to 6- and the one way ANOVA were used to process the results of the homogeneity-, stability-, and interlaboratory tests.
- Quality assurance: Certain quality assurance issues were highlighted in this study-project:
  - Sampling and transportation of the samples
  - Validation of the used methods and the evaluation of the results of the homogeneity- and stability tests
  - Organization and performance of interlaboratory tests
  - Processing and reporting the data of the tests.

The results of the homogeneity tests can be summarized as followed:

- The limits of repeatability for the determination of the fat content in liver paste and biscuit are respectively 1,32 and 0,89 % and are significantly lower than the assumed criteria of 3%. Therefore it can be stated the fat content in these test materials is homogeneous dispersed.
- A fat extraction after enzymatic hydrolysis was performed to be able to determine the fatty acids. An internal standard had to be added to compensate the losses during the filtration,

2

The repeatability standard deviation  $S_r$ , based on the data calculations of calcium in different test materials correspond to the assumed criteria of 15 % for the data of lyophilized drinking yoghurt and fresh whole-wheat but not for the lyophilized spinach. On the other hand, the  $RSD_r$  values do not match the Horwitz criteria for the data of the lyophilized spinach, drinking yoghurt and fresh whole-wheat B, but does match the criteria for fresh whole-wheat A. With the exception of the results obtained in drinking yoghurt by laboratory 6, all laboratories obtained a z-score below 2. The results of potassium in lyophilized spinach and drinking yoghurt show an repeatability standard deviation  $S_r$  that corresponds to the assumed criteria of 15 %. This is not the case for the results coming from fresh whole-wheat. The  $RSD_r$  values do not match the Horwitz criteria. With the exception of laboratory number 4, all labs show a z-score below 2 for the results of fresh whole-wheat.

- The values of sodium in lyophilized spinach and fresh whole-wheat show an repeatability standard deviation  $S_r$  that corresponds to the assumed criteria of 15%. This is also the case for the results obtained in lyophilized drinking yoghurt A, but not for sample B. The  $RSD_r$  values do not fit the Horwitz criteria. With the exception of lab number 7, all labs have a z-score below 2 for lyophilized drinking yoghurt. The results of zinc for the repeatability standard deviation  $S_r$  do not correspond to the assumed 15 % criteria for lyophilized sample B, lyophilized drinking yoghurt and fresh whole-wheat. It does meet the criteria for the results coming from the lyophilized spinach A. The  $RSD_r$  values do not fit the Horwitz criteria. For the results of lyophilized drinking yoghurt and fresh whole-wheat, the laboratory number 3 and 6 have a z-score higher than 2. The other labs show results below 2.

This study-project shows that the nutrients in the investigated matrixes are homogeneously distributed and that they are stable in function of time and preservation circumstances, just as the 3 pilot labs predicted. The results of the interlaboratory tests demonstrate that the criteria for the reproducibility standard deviation  $S_R$  and the Horwitz criteria for the relative reproducibility standard deviation  $RSD_R$  of the analysis of the nutrients in different test materials do not satisfy. Therefore it is necessary that the labs make a revalidation of their used methods and use measuring programs including quality assurance criteria like different elements, standards, blanks, control samples,...

When different methods have to be normalized, other interlaboratory tests have to be organized, so that an evaluation on the quality of the methods being used can be performed. Participation in ringtests, organized by other recognized organisms, are strongly recommended.

- 6.5.12 Stabiliteitstest gehalte vitamine B2 in drankyoghurt bewaard bij 2-5°C en -18°C (Fig. 29, 62)
- 6.5.13 Stabiliteitstest gehalte vitamine A in leverpastei bewaard bij 2-5°C en -18°C (Fig. 30,31)
- 6.5.14 Stabiliteitstest gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in verse en gelyofiliseerde magere yoghurt (Fig. 32 - 41)
- 6.5.15 Stabiliteitstest gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in verse en gelyofiliseerde spinazie (Fig. 42 - 51)
- 6.5.16 Stabiliteitstest gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in verse en gelyofiliseerde volkorenbloem (Fig. 52 - 61)

## **6.6 Gebruikte methodologie**

- 6.6.1 Bepaling van het vetgehalte
- 6.6.2 Bepaling van het vetzuurgehalte
- 6.6.3 Bepaling van het gehalte aan vitamine A
- 6.6.4 Bepaling van het gehalte aan vitamine B1 en B2
- 6.6.5 Bepaling van het gehalte aan vitamine B2
- 6.6.6 Bepaling van het gehalte van mineralen Mg, Ca, K, Na, Zn

## **6.7 Resultaten van het interlaboratorium onderzoek – statistische verwerking**

- 6.7.1 Gehalte vet in leverpastei (Tabel 23a-b)
- 6.7.2 Gehalte vet in speculaas (Tabel 24a-b)
- 6.7.3 Gehalte C14:0 in leverpastei (Tabel 25a-b)
- 6.7.4 Gehalte C14:0 in speculaas (Tabel 26a-b)
- 6.7.5 Gehalte C16:0 in leverpastei (Tabel 27a-b)
- 6.7.6 Gehalte C16:0 in speculaas (Tabel 28a-b)
- 6.7.7 Gehalte C18:0 in leverpastei (Tabel 29a-b)
- 6.7.8 Gehalte C18:0 in speculaas (Tabel 30a-b)
- 6.7.9 Gehalte C18:1 in leverpastei (Tabel 31a-b)
- 6.7.10 Gehalte C18:1 in speculaas (Tabel 32a-b)
- 6.7.11 Gehalte C18:2 in leverpastei (Tabel 33a-b)
- 6.7.12 Gehalte C18:2 in speculaas (Tabel 34a-b)
- 6.7.13 Gehalte aan vitamine A in leverpastei (Tabel 35a-b)
- 6.7.14 Gehalte aan vitamine B1 in volkorenbloem (Tabel 36a-b)
- 6.7.15 Gehalte aan vitamine B2 in drankyoghurt (Tabel 37a-b)
- 6.7.16 Gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in gelyofiliseerde spinazie (Tabel 38a,b – 42a,b)
- 6.7.17 Gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in gelyofiliseerde magere yoghurt (Tabel 43a,b – 47a,b)
- 6.7.18 Gehalte Mg, Ca, K, Na en Zn in verse volkorenbloem (Tabel 48a,b – 52a,b)

1. ISO/DIS 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions, 1996
2. ISO/DIS 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method, 1996
3. ISO/DIS 5725-3, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method, 1996.
4. ISO/DIS 5725-4, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method, 1996.
5. ISO/DIS 5725-5, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method, 1998.
6. ISO/DIS 5725-6, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 6: Use in practice of accuracy values, 1996.
7. G.T. Wernimont, Use of statistics to develop and evaluate analytical methods. ISBN 0-935584-31-5, 1987, p.25.
8. G.T. Wernimont, Use of statistics to develop and evaluate analytical methods. ISBN 0-935584-31-5, 1987, p.28.
9. EEC Council Directive 90/515/EEC, nr. L 286/33-39 of September 1990.
10. IUPAC-1989, Harmonized Protocols for the adoption of standardized methods and for the presentation of their performance characteristics, W.D. Pocklington, 1990, Pure and Appl. Chem. 62, 149 – 162.
11. EEC Council Directive 99/93/EEC ...
12. J. Folch, M. Lees and G.H.S. Stanley, 1957. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. J. Biol. Chem. 226, 497 – 509

**BEMONSTERINGSPROTOCOL**

**V.Z.W. NUBEL – BRUSSEL**



**RESULTATEN**  
**HOMOGENITEITSTESTEN**

**V.Z.W. NUBEL – BRUSSEL**

**Tabel 8: Resultaten van de "homogeniteitstest" betreffende de bepaling van vitamine B1 in volkorenbloem, vitamine B2 in drankyoghurt en vitamine A leverpastei**

| PARAMETER                        | VITAMINE B1<br>VOLKOREN-<br>BLOEM<br>VOOR MENGEN<br>µg/100 g | VITAMINE B1<br>VOLKOREN-<br>BLOEM<br>NA MENGEN<br>µg/100g | VITAMINE B2<br>DRANK<br>YOGHURT<br>µg/100g | VITAMINE A1<br>LEVERPASTEI<br><br>µg/100g |
|----------------------------------|--|---|--|---|
| N                                | 10   | 10  | 10   | 10  |
| X (%)                            | 400,3  | 573,0   | 144,7                                      | 5600                                      |
| σ <sub>r</sub> (%)               | 45,78  | 27,03   | 4,76                                       | 338                                       |
| RSD <sub>r</sub> (%)             | 11,4%  | 4,7%  | 3,3%                                       | 6,0%                                      |
| INDICATIEVE RSD <sub>r</sub> (%) | 8,7%   | 8,2%  | 10,1%                                      | 5,8%                                      |
| r (%)                            | 128,2  | 75,7  | 13,3                                       | 946                                       |

**Tabel 12: Statistische gegevens van de "homogeniteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in verse spinazie**

| <b>GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN VERSE SPINAZIE</b> |       |        |        |       |       |
|---|-------|--------|--------|-------|-------|
| PARAMETER   | Mg    | Ca     | K      | Na    | Zn    |
| ANALYSERESULTATEN                                     | 43,94 | 136,12 | 419,09 | 22,87 | 0,635 |
|   | 46,64 | 118,20 | 417,89 | 22,23 | 0,594 |
|   | 54,09 | 147,09 | 379,19 | 23,36 | 0,625 |
|   | 50,73 | 140,16 | 384,17 | 22,86 | 0,653 |
|   | 47,57 | 126,88 | 372,84 | 22,85 | 0,659 |
|   | 46,40 | 134,32 | 394,36 | 23,09 | 0,533 |
|   | 45,18 | 113,37 | 382,15 | 22,57 | 0,614 |
|   | 50,04 | 135,50 | 397,79 | 23,79 | 0,592 |
|   | 54,09 | 139,54 | 355,76 | 23,04 | 0,589 |
|   | 47,08 | 141,67 | 366,92 | 22,81 | 0,565 |
| N   | 10    | 10     | 10     | 10    | 10    |
| X (%)   | 48,57 | 133,29 | 387,02 | 22,95 | 0,606 |
| σ <sub>r</sub> (%)                                    | 3,53  | 10,68  | 20,62  | 0,42  | 0,039 |
| RSD <sub>r</sub> (%)                                  | 7,27% | 8,01%  | 5,33%  | 1,83% | 6,44% |
| INDICATIEVE RSD <sub>r</sub> (%)                      | 4,21% | 3,62%  | 3,08%  | 4,71% | 8,24% |
| MEDIAAN   | 47,33 | 135,81 | 383,16 | 22,87 | 0,604 |
| MINIMUM   | 43,94 | 113,37 | 355,76 | 22,23 | 0,533 |
| MAXIMUM   | 54,09 | 147,09 | 419,09 | 23,79 | 0,659 |
| r (%)   | 9,88  | 29,90  | 57,74  | 1,18  | 0,11  |

Tabel 14: Statistische gegevens van de "homogeniteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in verse magere yoghurt

| GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN VERSE MAGERE YOGHURT |       |        |        |       |        |
|--|-------|--------|--------|-------|--------|
| PARAMETER  | Mg    | Ca     | K      | Na    | Zn     |
| ANALYSERESULTATEN                                    | 15,34 | 164,84 | 246,96 | 70,40 | 0,434  |
|  | 16,29 | 155,38 | 217,16 | 70,90 | 0,467  |
|  | 16,04 | 158,93 | 227,33 | 65,05 | 0,441  |
|  | 15,67 | 157,29 | 219,92 | 62,82 | 0,445  |
|  | 15,77 | 155,65 | 236,10 | 66,13 | 0,466  |
|  | 15,24 | 157,82 | 229,99 | 68,79 | 0,485  |
|  | 15,31 | 155,32 | 244,15 | 63,57 | 0,606  |
|  | 15,50 | 173,45 | 229,24 | 67,79 | 0,483  |
|  | 14,70 | 159,53 | 226,24 | 63,62 | 0,484  |
|  | 15,65 | 161,91 | 240,20 | 63,52 | 0,477  |
| N  | 10    | 10     | 10     | 10    | 10     |
| X (%)  | 15,55 | 160,01 | 231,73 | 66,26 | 0,479  |
| $\sigma_r$ (%)                                       | 0,46  | 5,61   | 9,93   | 3,03  | 0,048  |
| RSD, (%)   | 2,96% | 3,51%  | 4,29%  | 4,64% | 10,02% |
| INDICATIEVE RSD, (%)                                 | 7,46% | 5,28%  | 4,99%  | 6,02% | 12,64% |
| MEDIAAN  | 15,76 | 158,38 | 229,62 | 65,59 | 0,472  |
| MINIMUM  | 14,70 | 155,32 | 217,16 | 62,82 | 0,434  |
| MAXIMUM  | 16,29 | 173,45 | 246,96 | 70,90 | 0,606  |
| r (%)  | 1,29  | 15,71  | 27,80  | 8,48  | 0,134  |

Tabel 15: Statistische gegevens van de "homogeniteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in gelyofiliseerde magere yoghurt

| GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN GELYOFILISEERDE MAGERE YOGHURT |       |        |        |       |        |
|--|-------|--------|--------|-------|--------|
| PARAMETER  | Mg    | Ca     | K      | Na    | Zn     |
| ANALYSERESULTATEN  | 13,24 | 143,49 | 163,26 | 61,38 | 0,456  |
|  | 13,4  | 139,92 | 155,72 | 63,93 | 0,458  |
|  | 12,28 | 139,68 | 171,03 | 65,03 | 0,448  |
|  | 12,41 | 138,88 | 159,47 | 61,02 | 0,449  |
|  | 12,73 | 143,18 | 162,37 | 56,54 | 0,447  |
|  | 12,39 | 138,26 | 169,01 | 59,95 | 0,441  |
|  | 12,65 | 152,22 | 164,20 | 58,46 | 0,442  |
|  | 12,93 | 142,70 | 158,85 | 61,41 | 0,446  |
|  | 12,55 | 141,16 | 166,67 | 58,27 | 0,436  |
|  | 12,98 | 146,01 | 165,98 | 59,21 | 0,436  |
| N  | 10    | 10     | 10     | 10    | 10     |
| X (%)  | 12,76 | 142,55 | 163,66 | 60,52 | 0,446  |
| $\sigma_r$ (%)   | 0,37  | 4,16   | 4,75   | 2,60  | 0,007  |
| RSD, (%)   | 2,90% | 2,92%  | 2,90%  | 4,30% | 1,57%  |
| INDICATIEVE RSD, (%)   | 7,73% | 5,35%  | 5,24%  | 6,11% | 12,82% |
| MEDIAAN  | 12,69 | 141,93 | 163,73 | 60,49 | 0,447  |
| MINIMUM  | 12,28 | 138,26 | 155,72 | 56,54 | 0,436  |
| MAXIMUM  | 13,40 | 152,22 | 171,03 | 65,03 | 0,458  |
| r (%)  | 0,10  | 11,65  | 13,3   | 7,28  | 0,020  |

**RESULTATEN STABILITEITSTESTEN**

**STATISTISCHE VERWERKING**

Tabel 6: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van vetzuren in leverpastei

| VETZUURGEHALTE IN LEVERPASTEI          |                        |                                   |                                   |                    |
|--|------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|--------------------|
| PARAMETER                              | VERZADIGDE VETZUREN    | MONOONVER-<br>ZADIGDE<br>VETZUREN | POLYONVER-<br>ZADIGDE<br>VETZUREN | TRANS-<br>VETZUREN |
| <b>ANALYSERESULTATEN (%)</b>           |                        |                                   |                                   |                    |
| <b>BEWAAROMSTANDIGHEDEN 2-5°C</b>      | 38,40 ± 0,25 (DAG 0)   | 44,63 ± 0,19                      | 16,25 ± 0,09                      | 0,73 ± 0,01        |
|  | 39,30 ± 0,90 (DAG 2)   | 44,74 ± 0,63                      | 15,20 ± 0,32                      | 0,77 ± 0,04        |
|  | 39,38 ± 0,33 (DAG 4)   | 44,47 ± 0,22                      | 15,41 ± 0,18                      | 0,74 ± 0,02        |
|  | 39,81 ± 0,42 (DAG 7)   | 44,48 ± 0,26                      | 14,98 ± 0,20                      | 0,74 ± 0,03        |
|  | 39,68 ± 0,28 (DAG 14)  | 44,25 ± 0,27                      | 15,33 ± 0,12                      | 0,74 ± 0,01        |
|  | 38,61 ± 0,19 (DAG 21)  | 44,33 ± 0,15                      | 16,33 ± 0,06                      | 0,73 ± 0,01        |
|  | 38,58 ± 0,34 (DAG 30)  | 44,59 ± 0,25                      | 16,10 ± 0,14                      | 0,73 ± 0,00        |
| <b>N</b>                               | 21                     | 21                                | 21                                | 21                 |
| <b>X (%)</b>                           | 39,11                  | 44,50                             | 15,66                             | 0,74               |
| <b>σ<sub>R</sub> (%)</b>               | 0,42                   | 0,13                              | 0,41                              | 0,01               |
| <b>RSD<sub>R</sub> (%)</b>             | 1,07                   | 0,29                              | 2,62                              | 1,35               |
| <b>INDICATIEVE RSD<sub>R</sub> (%)</b> | 2,30                   | 2,26                              | 2,64                              | 4,18               |
| <b>R (%)</b>                           | 1,18                   | 0,36                              | 1,15                              | 0,03               |
| <b>ANALYSERESULTATEN (%)</b>           |                        |                                   |                                   |                    |
| <b>BEWAAROMSTANDIGHEDEN -18°C</b>      | 38,40 ± 0,25 (WEEK 0)  | 44,63 ± 0,19                      | 16,25 ± 0,09                      | 0,73 ± 0,01        |
|  | 39,64 ± 0,38 (WEEK 1)  | 44,24 ± 0,27                      | 15,39 ± 0,18                      | 0,73 ± 0,02        |
|  | 38,68 ± 0,23 (WEEK 2)  | 44,58 ± 0,17                      | 16,01 ± 0,13                      | 0,73 ± 0,01        |
|  | 38,28 ± 0,17 (WEEK 4)  | 44,75 ± 0,11                      | 16,24 ± 0,10                      | 0,73 ± 0,00        |
|  | 38,37 ± 0,80 (WEEK 8)  | 44,14 ± 0,69                      | 16,77 ± 0,21                      | 0,72 ± 0,01        |
|  | 38,56 ± 0,15 (WEEK 16) | 44,63 ± 0,13                      | 16,08 ± 0,05                      | 0,73 ± 0,00        |
|  | 38,95 ± 0,17 (WEEK 25) | 44,33 ± 0,13                      | 15,98 ± 0,05                      | 0,73 ± 0,00        |
| <b>N</b>                               | 21                     | 21                                | 21                                | 21                 |
| <b>X (%)</b>                           | 38,70                  | 44,47                             | 16,10                             | 0,73               |
| <b>σ<sub>R</sub> (%)</b>               | 0,38                   | 0,19                              | 0,33                              | 0,00               |
| <b>RSD<sub>R</sub> (%)</b>             | 0,98                   | 0,43                              | 2,05                              | 0,00               |
| <b>INDICATIEVE RSD<sub>R</sub> (%)</b> | 2,31                   | 2,26                              | 2,63                              | 4,19               |
| <b>R (%)</b>                           | 1,06                   | 0,53                              | 0,92                              | -                  |

Tabel 9: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van vitamine B1 in volkorenbloem

| VITAMINE B1 (µg/100g) IN VOLKORENBLOEM |                             |                           |                           |
|--|-----------------------------|---------------------------|---------------------------|
| PARAMETER                              | Bewaartemperatuur (20-25°C) | Bewaartemperatuur (2-5°C) | Bewaartemperatuur (-18°C) |
| ANALYSERESULTATEN                      | 717 ± 49 (D0)               | 717 ± 49                  | 717 ± 49                  |
|  | 870 ± 122 (D1)              | 765 ± 34                  | 639 ± 60                  |
|  | 737 ± 22 (D2)               | 714 ± 18                  | 602 ± 27                  |
|  | 689 ± 47 (D7)               | 647 ± 80                  | 619 ± 75                  |
|  | 684 ± 7 (D14)               | 760 ± 53                  | 743 ± 94                  |
|  | 646 (D30)                   | 651                       | 707                       |
|  | 664 ± 5 (D90)               | 623 ± 20                  | 607 ± 13                  |
| N                                      | 19                          | 19                        | 19                        |
| X (%)                                  | 720                         | 699                       | 655                       |
| σ <sub>R</sub> (%)                     | 85                          | 67                        | 72                        |
| RSD <sub>R</sub> (%)                   | 11,9%                       | 9,6%                      | 11,0%                     |
| INDICATIEVE RSD <sub>R</sub> (%)       | 11,9%                       | 12,0%                     | 12,0%                     |
| MEDIAAN                                | 688                         | 717                       | 639                       |
| MINIMUM                                | 645                         | 596                       | 542                       |
| MAXIMUM                                | 1011                        | 799                       | 819                       |
| R (%)                                  | 238                         | 188                       | 202                       |

Tabel 10: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van vitamine B2 in drankyoghurt

| VITAMINE B2 (µg/100g) IN YOGHURTDRANK |                           |                           |
|---------------------------------------|---------------------------|---------------------------|
| PARAMETER                             | Bewaartemperatuur (2-5°C) | Bewaartemperatuur (-18°C) |
| ANALYSERESULTATEN                     | 139,1 ± 2,3 (D0)          | 139,1 ± 2,3               |
|                                       | 144,4 ± 1,5 (D1)          | 145,8 ± 0,9               |
|                                       | 139,7 ± 2,0 (D2)          | 136,2 ± 3,0               |
|                                       | 141,0 ± 1,4 (D7)          | 142,7 ± 0,4               |
|                                       | 162,6 ± 3,7 (D14)         | 153,4 ± 0,1               |
|                                       | 140,4 (D30)               | 139,2                     |
|                                       | 133,7 ± 2,7 (D90)         | 133,1 ± 1,1               |
| N                                     | 19                        | 19                        |
| X (%)                                 | 143,2                     | 141,6                     |
| σ <sub>R</sub> (%)                    | 9,4                       | 6,8                       |
| RSD <sub>R</sub> (%)                  | 6,6%                      | 4,8%                      |
| INDICATIEVE RSD <sub>R</sub> (%)      | 15,1%                     | 15,1%                     |
| MEDIAAN                               | 141,4                     | 141,6                     |
| MINIMUM                               | 131,5                     | 132,3                     |
| MAXIMUM                               | 166,8                     | 153,5                     |
| R (%)                                 | 26,2                      | 19,0                      |

Tabel 18: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in gelyofiliseerde magere yoghurt

| GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN GELYOFILISEERDE MAGERE YOGHURT |             |        |        |       |        |
|--|-------------|--------|--------|-------|--------|
| PARAMETER  | Mg          | Ca     | K      | Na    | Zn     |
| ANALYSERESULTATEN  | 14,43 (D0)  | 162,13 | 196,01 | 68,36 | 0,532  |
|  | 13,84 (D1)  | 159,68 | 181,15 | 64,87 | 0,521  |
|  | 13,95 (D2)  | 163,81 | 181,86 | 66,33 | 0,553  |
|  | 14,73 (D7)  | 163,87 | 191,56 | 68,71 | 0,517  |
|  | 15,40 (D14) | 166,52 | 183,67 | 66,53 | 0,537  |
|  | 14,03 (D28) | 161,22 | 186,15 | 64,51 | 0,527  |
|  | 13,87 (D42) | 160,20 | 186,90 | 67,60 | 0,526  |
|  | 13,83 (D84) | 156,50 | 196,46 | 62,03 | 0,539  |
| N  | 16          | 16     | 16     | 16    | 16     |
| X (%)  | 14,26       | 161,74 | 187,97 | 66,12 | 0,531  |
| $\sigma_R$ (%)   | 0,62        | 4,69   | 8,14   | 2,85  | 0,014  |
| RSD <sub>R</sub> (%)   | 4,35%       | 2,90%  | 4,33%  | 4,31% | 2,63%  |
| INDICATIEVE RSD <sub>R</sub> (%)                               | 7,57%       | 5,28%  | 5,19%  | 6,02% | 12,47% |
| MEDIAAN  | 14,24       | 159,86 | 187,35 | 60,07 | 0,530  |
| MINIMUM  | 13,36       | 155,32 | 177,41 | 59,99 | 0,503  |
| MAXIMUM  | 15,62       | 170,65 | 201,17 | 70,66 | 0,556  |
| R (%)  | 1,74        | 13,13  | 22,79  | 7,98  | 0,039  |

Tabel 19: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in verse spinazie

| GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN VERSE SPINAZIE |             |        |        |        |        |
|--|-------------|--------|--------|--------|--------|
| PARAMETER                                      | Mg          | Ca     | K      | Na     | Zn     |
| ANALYSERESULTATEN                              | 50,32 (D0)  | 124,38 | 358,46 | 30,75  | 0,738  |
|  | 55,05 (D1)  | 134,73 | 393,20 | 25,81  | 0,796  |
|  | 43,99 (D2)  | 138,90 | 315,58 | 20,07  | 0,712  |
|  | 51,70 (D7)  | 152,24 | 335,09 | 23,92  | 0,911  |
|  | 52,77 (D14) | 128,69 | 353,33 | 23,85  | 0,628  |
|  | 53,08 (D28) | 149,56 | 352,10 | 28,87  | 0,700  |
|  | 49,20 (D42) | 134,91 | 362,99 | 24,40  | 0,621  |
|  | 50,54 (D84) | 149,80 | 335,31 | 31,64  | 0,717  |
|  | N           | 16     | 16     | 16     | 16     |
| X (%)  | 50,83       | 139,15 | 350,76 | 26,16  | 0,728  |
| $\sigma_R$ (%)                                 | 3,57        | 14,09  | 29,39  | 4,20   | 0,127  |
| RSD <sub>R</sub> (%)                           | 7,02%       | 10,13% | 8,38%  | 16,05% | 17,45% |
| INDICATIEVE RSD <sub>R</sub> (%)               | 6,28%       | 5,39%  | 4,69%  | 6,92%  | 11,88% |
| MEDIAAN  | 51,42       | 139,87 | 354,56 | 25,68  | 0,710  |
| MINIMUM  | 41,19       | 115,50 | 275,58 | 19,77  | 0,580  |
| MAXIMUM  | 55,89       | 164,88 | 411,65 | 35,83  | 1,110  |
| R (%)  | 10,00       | 39,45  | 82,29  | 11,76  | 0,356  |

Tabel 22: Statistische gegevens van de "stabiliteitstest" betreffende de bepaling van mineralen in gelyofiliseerde volkorenbloem

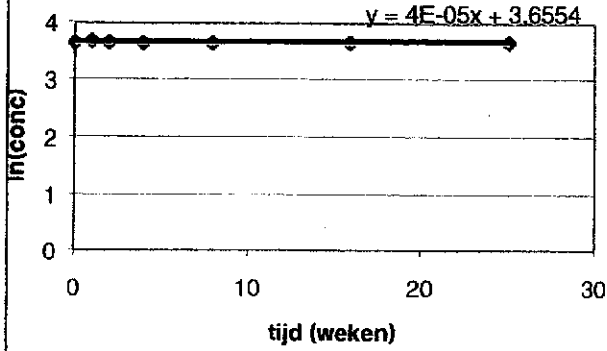
| <b>GEHALTE MINERALEN (mg/100 g) IN GELYOFILISEERDE VOLKORENBLOEM</b> |           |           |          |           |           |
|--|-----------|-----------|----------|-----------|-----------|
| <b>PARAMETER</b>   | <b>Mg</b> | <b>Ca</b> | <b>K</b> | <b>Na</b> | <b>Zn</b> |
| <b>ANALYSERESULTATEN</b>   | 73,02     | 39,41     | 348,59   | 1,073     | 2,639     |
|  | 74,94     | 38,91     | 349,88   | 1,100     | 2,489     |
|  | 75,97     | 37,22     | 354,80   | 0,982     | 2,651     |
|  | 76,54     | 38,03     | 337,55   | 1,179     | 2,552     |
|  | 70,43     | 38,04     | 343,23   | 1,001     | 2,602     |
|  | 73,45     | 38,50     | 338,62   | 1,129     | 2,566     |
|  | 74,43     | 37,98     | 331,04   | 1,133     | 2,510     |
|  | 75,84     | 36,98     | 342,78   | 1,095     | 2,462     |
| <b>N</b>   | 16        | 16        | 16       | 16        | 16        |
| <b>X (%)</b>   | 74,32     | 38,13     | 343,31   | 1,086     | 2,56      |
| <b><math>\sigma_R</math> (%)</b>                                     | 2,32      | 1,18      | 9,53     | 0,071     | 0,09      |
| <b>RSD<sub>R</sub> (%)</b>   | 3,12%     | 3,09%     | 2,78%    | 6,54%     | 3,52%     |
| <b>INDICATIEVE RSD<sub>R</sub> (%)</b>                               | 4,17%     | 6,59%     | 4,69%    | 11,16%    | 9,85%     |
| <b>MEDIAAN</b>   | 74,55     | 38,09     | 343,07   | 1,094     | 2,55      |
| <b>MINIMUM</b>   | 67,19     | 35,96     | 328,42   | 0,973     | 2,42      |
| <b>MAXIMUM</b>   | 76,96     | 40,68     | 358,93   | 1,194     | 2,73      |
| <b>R (%)</b>   | 6,50      | 3,30      | 26,68    | 0,199     | 0,25      |



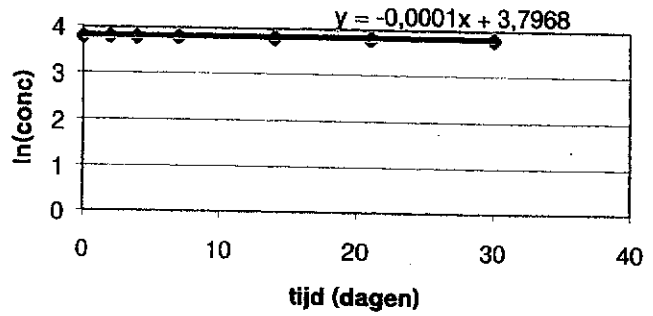
**RESULTATEN STABILITEITSTESTEN**

**HALFWAARDETIJD**

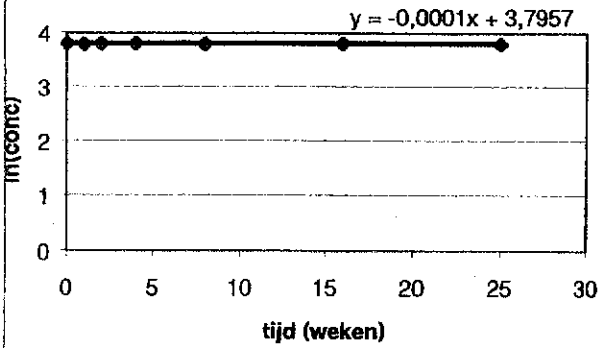
**Fig. 7: Stabiliteitstest gehalte verzadigd vetzuur in leverpastei bij -18°C**



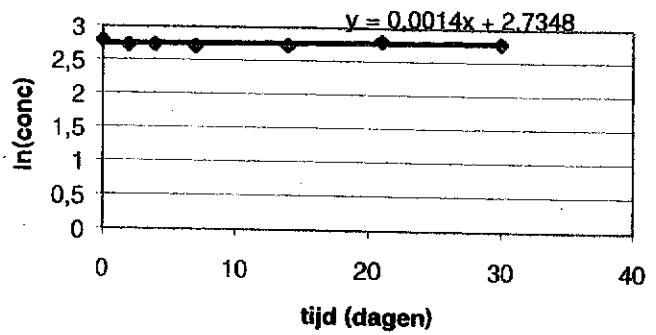
**Fig. 8: Stabiliteitstest gehalte mono-onverzadigd vetzuur in leverpastei bij 2 - 5°C**



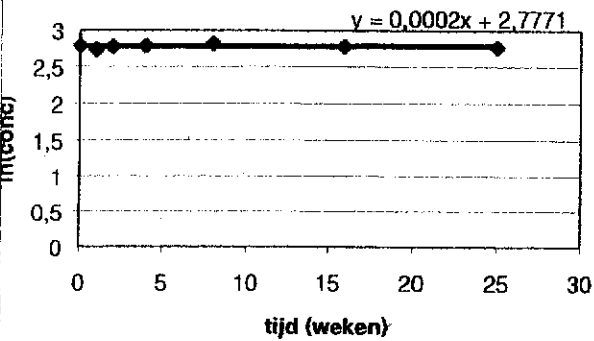
**Fig. 9: Stabiliteitstest gehalte mono-onverzadigd vetzuur in leverpastei bij -18°C**



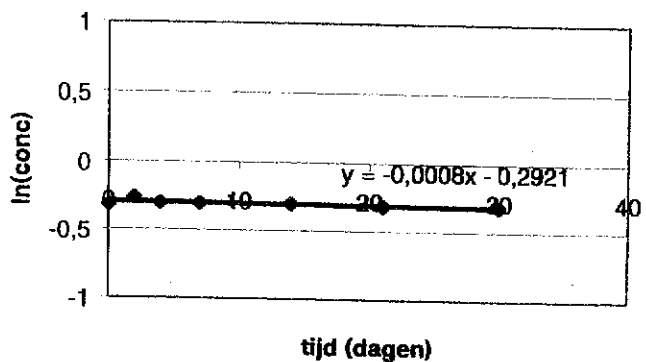
**Fig. 10: Stabiliteitstest gehalte poly-onverzadigd vetzuur in leverpastei bij 2 - 5°C**



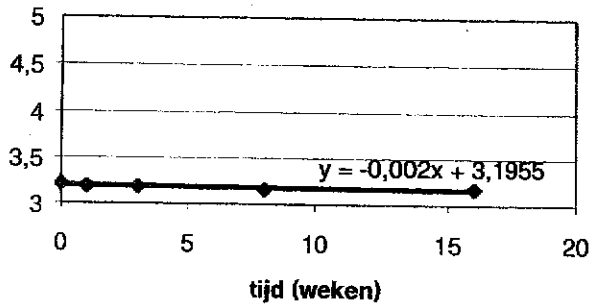
**Fig. 11: Stabiliteitstest gehalte poly-onverzadigd vetzuur in leverpastei bij -18°C**



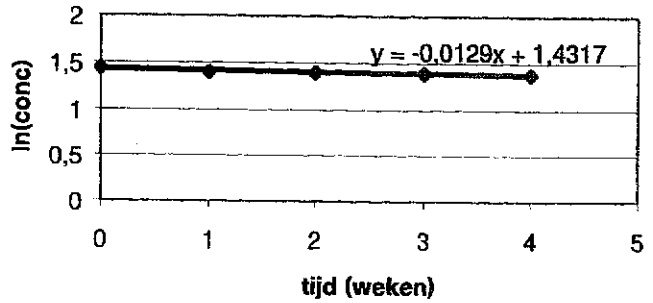
**Fig. 12: Stabiliteitstest gehalte transvetzuur in leverpastei bij 2 - 5°C**



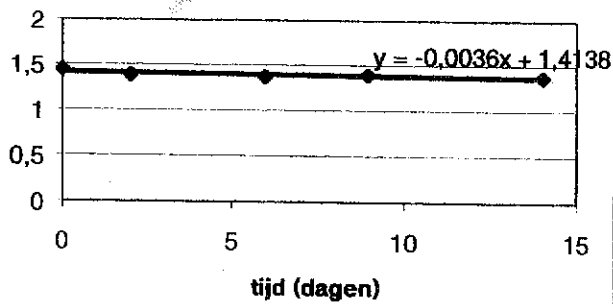
**Fig. 19: Stabiliteitstest gehalte mono-onverzadigd vetzuur in speculaas bij -18°C**



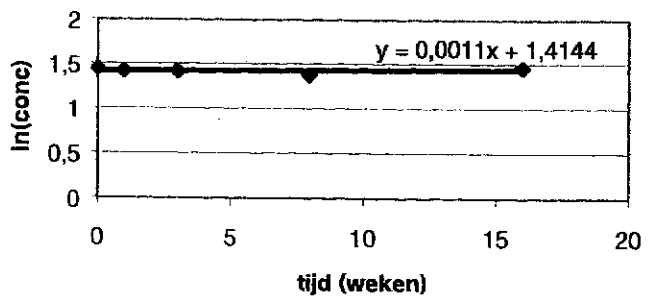
**Fig. 20: Stabiliteitstest gehalte polyonverzadigd vetzuur in speculaas bij 20 - 25°C**



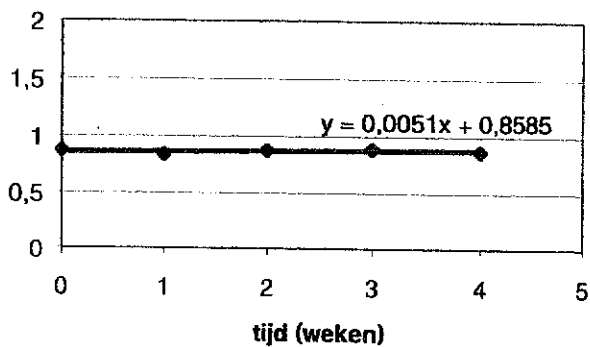
**Fig. 21: Stabiliteitstest gehalte polyonverzadigd vetzuur in speculaas bij 37°C**



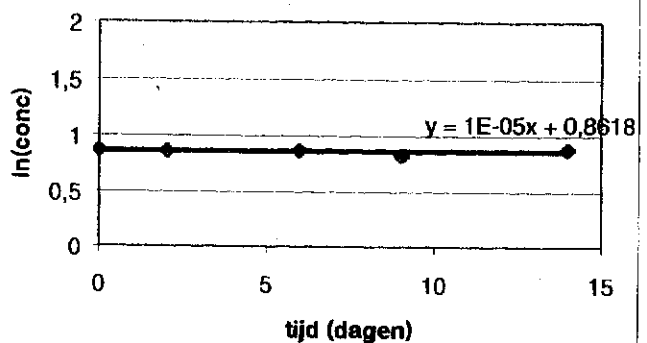
**Fig. 22: Stabiliteitstest gehalte polyonverzadigd vetzuur in speculaas bij -18°C**



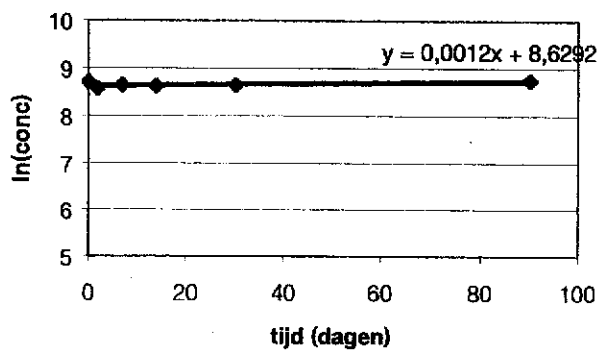
**Fig. 23: Stabiliteitstest gehalte transvetzuur in speculaas bij 20 - 25°C**



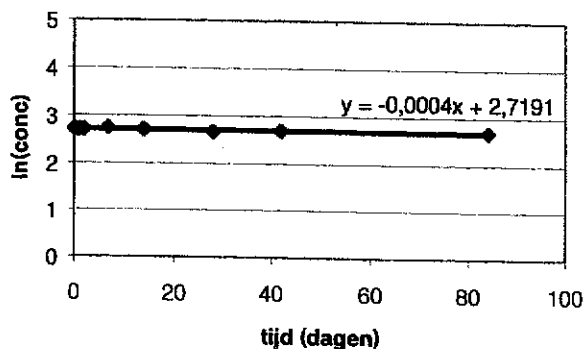
**Fig. 24: Stabiliteitstest gehalte transvetzuur in speculaas bij 37°C**



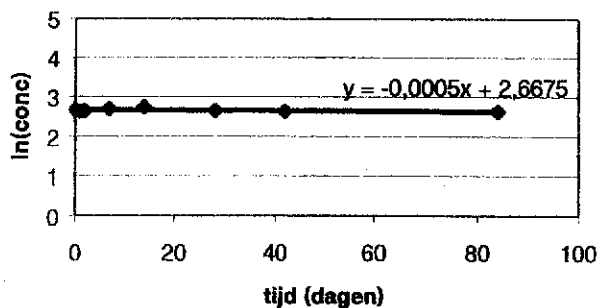
**Fig. 31: Stabiliteitstest gehalte vitamine A in leverpastei bewaard bij -18°C**



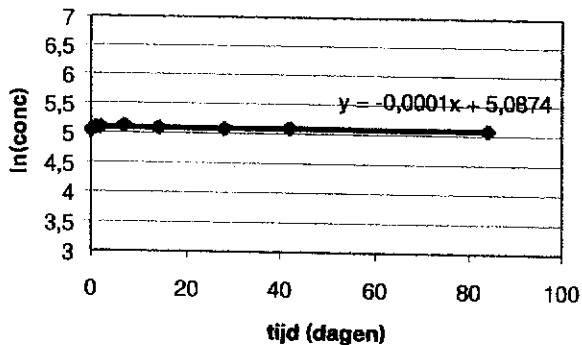
**Fig. 32: Stabiliteitstest gehalte magnesium in verse magere yoghurt**



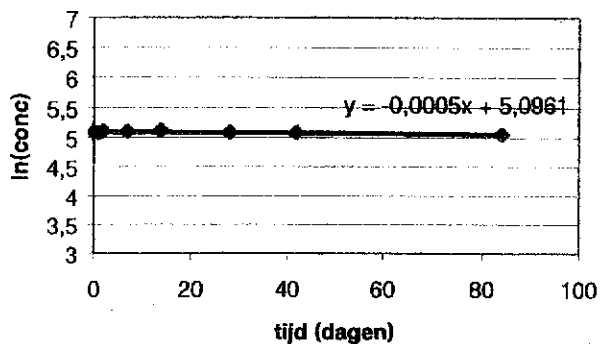
**Fig. 33: Stabiliteitstest gehalte magnesium in gelyofiliseerde magere yoghurt**



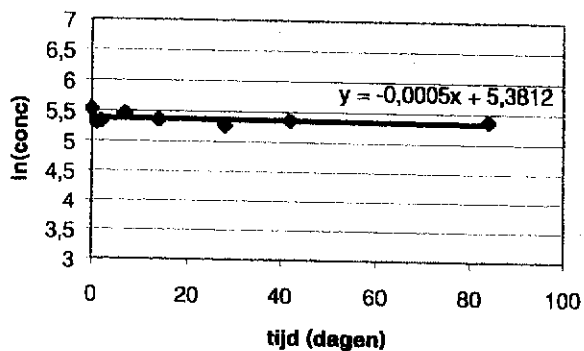
**Fig. 34: Stabiliteitstest gehalte calcium in verse magere yoghurt**



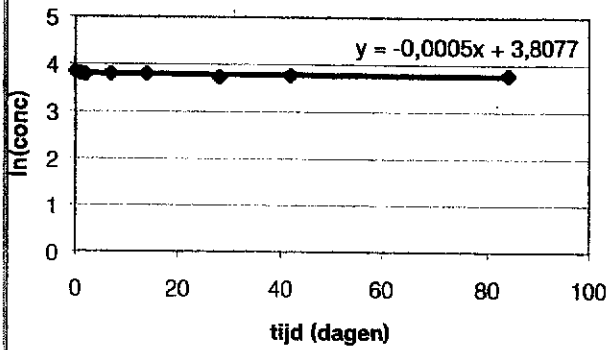
**Fig. 35: Stabiliteitstest gehalte calcium in gelyofiliseerde magere yoghurt**



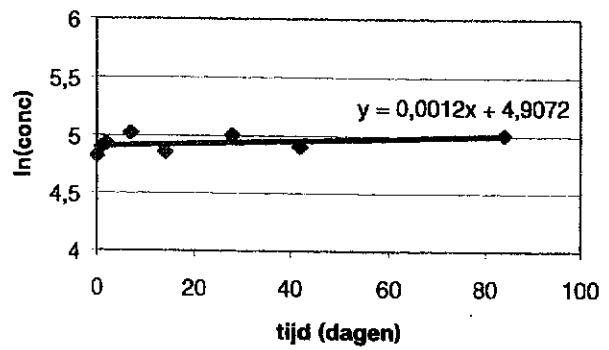
**Fig. 36: Stabiliteitstest gehalte kalium in verse magere yoghurt**



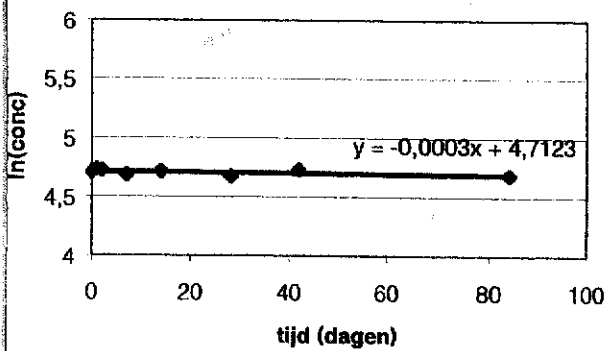
**Fig. 43: Stabiliteitstest gehalte magnesium in gelyofiliseerde spinazie**



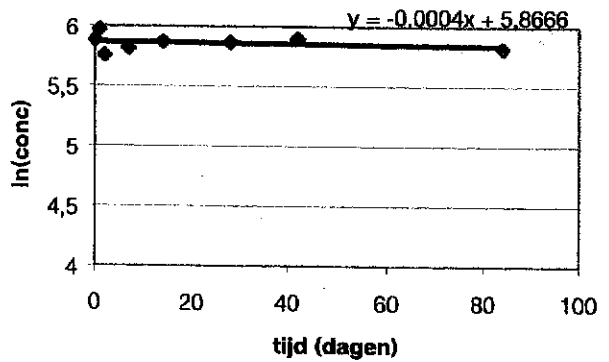
**Fig. 44: Stabiliteitstest gehalte calcium in verse spinazie**



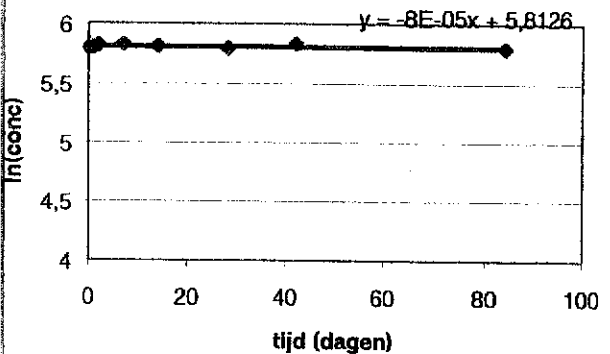
**Fig. 45: Stabiliteitstest gehalte calcium in gelyofiliseerde spinazie**



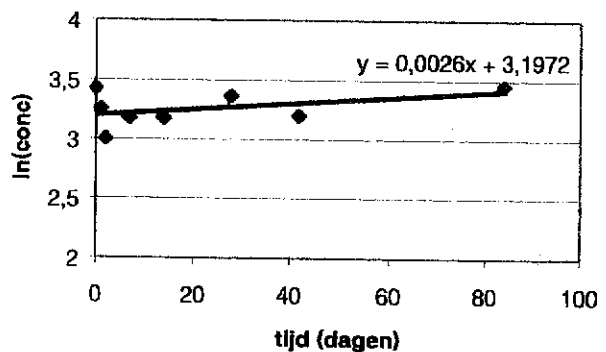
**Fig. 46: Stabiliteitstest gehalte kalium in verse spinazie**



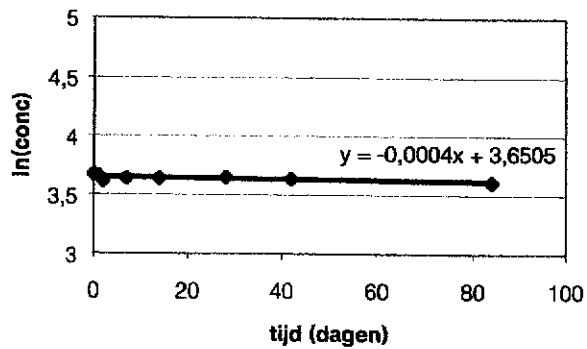
**Fig. 47: Stabiliteitstest gehalte kalium in gelyofiliseerd spinazie**



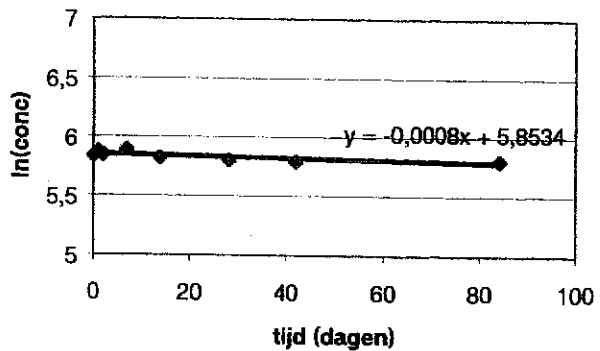
**Fig. 48: Stabiliteitstest gehalte natrium in verse spinazie**



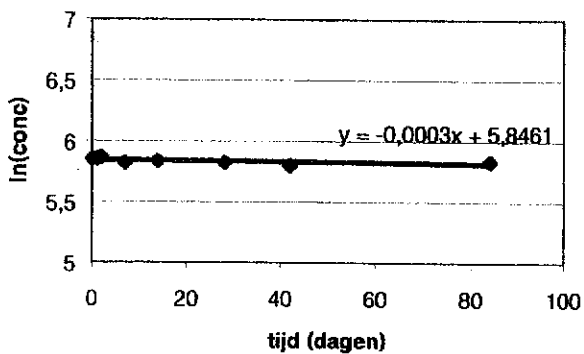
**Fig. 55: Stabiliteitstest gehalte calcium in gelyofiliseerde volkorenbloem**



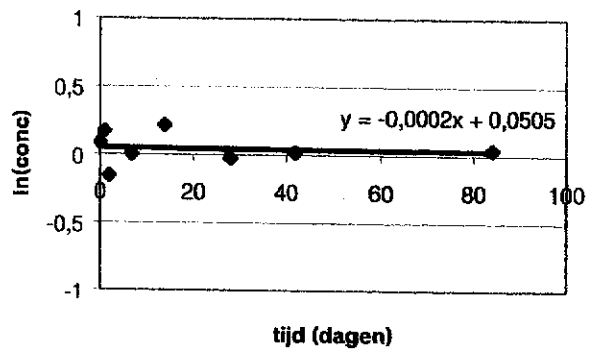
**Fig. 56: Stabiliteitstest gehalte kalium in verse volkorenbloem**



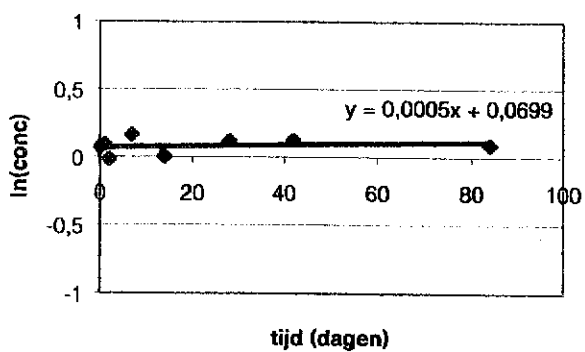
**Fig. 57: Stabiliteitstest gehalte kalium in gelyofiliseerde volkorenbloem**



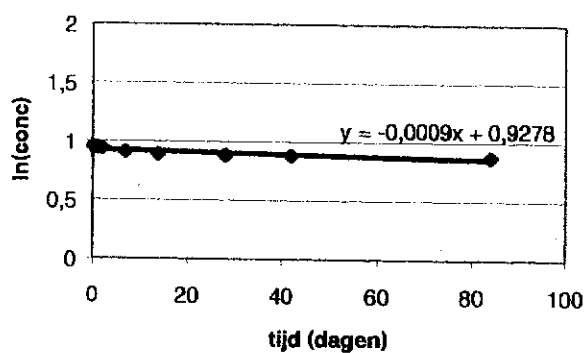
**Fig. 58: Stabiliteitstest gehalte natrium in verse volkorenbloem**



**Fig. 59: Stabiliteitstest gehalte natrium in gelyofiliseerde volkorenbloem**



**Fig. 60: Stabiliteitstest gehalte zink in verse volkorenbloem**



**GEGEVENS BETREFFENDE  
GEBRUIKTE METHODOLOGIE**

**Bijlage 6.6.2: Gebruikte methodologie voor de bepaling van het vetzuurgehalte**

| Labo | Gebruikte standaard      | Extractie  | Derivatisatie  | Meettechniek    | Referentiemateriaal | Berekeningswijze                             |
|------|--------------------------|--|--|-----------------|---------------------|--|
| 1    | Alltech standaard 18813  | 150 mg product + methanolische NaOH oplossing refluxen gedurende 5 à 10' | Methylverestering (BF <sub>3</sub> )                                 | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 2    | Geen informatie          | zure hydrolyse   | Methylverestering (BF <sub>3</sub> ) (AOAC 28059 (1984))             | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 3    | Geen informatie          | Extractie met diethylether   | Methylverestering (KOH/MeOH)   | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 4    | Geen informatie          | Geen informatie  | Geen informatie  | Geen informatie | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 5    | Geen informatie          | Koude extractie methanol/chloroform met                                  | Warme hydrolyse met KOH/MeOH, extractie met hexaan                   | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 6    | Geen informatie          | Olie of vet oplossen in heptaan  | Verzeppen en veresteren in KOH/MeOH                                  | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 7    | Geen informatie          | Geen informatie  | Geen informatie  | Geen informatie | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 8    | Supelco                  | Vetextractie met diethylether - Toevoegen van interne standaard          | veresteren met methanol in zuur milieu, wassen, extractie met hexaan | GC - FID        | CRM 163             | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 9    | Standaarden (oorsprong?) | Diethylether petroleumether, ultrason extractie, drogen op Nasulfaat     | Alkalische hydrolyse, veresteren in MeOH/BF <sub>3</sub>             | GC - FID        | Geen informatie     | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |
| 10   | Geen informatie          | Zure verestering met methanol, wassen met gedemineraliseerd water        | Extractie met heptaan/pentaan  | GC - FID        | CRM 163             | % uitgedrukt ten opzichte van het vetgehalte |



**Bijlage 6.6.4: Gebruikte methodologie voor de bepaling van Vitaminen B1**

| Labo | Gebruikte standaard          | Enzymatische hydrolyse  | Extractie  | Meettechniek                                    | Referentiemateriaal          | Berekeningswijze                            |
|------|------------------------------|---|--|---|------------------------------|---|
| 1    | Geen informatie              | 10 g product + zwavelzuur gedurende 15 op kokend waterbad, afkoelen, daarna in schudwaterbad bij 45°C, pH op 4,8 - 5,0 brengen, enzymemengsel toevoegen en incuberen bij 45 °C 1 uur, afkoelen en filtreren | Aan de oplossingen KCl en oxidatieragents toevoegen, extraheren met isobutanol en ethanol, centrifugeren | HPLC - Fluorimetrie (367 - 425 nm)              | Geen informatie              | $\frac{C_s}{(C_s + C_{is})} - C_b$          |
| 2    | Geen informatie              | Geen informatie   | Geen informatie  | Geen informatie                                 | Geen informatie              | Geen informatie                             |
| 3    | Aldrich                      | Zure hydrolyse van het staal bij 121°C  |  | HPLC - Fluorimetrie, C18 kolom                  | Geen informatie              | $C_s = C_E \times V \times f/g$             |
| 4    | Fluka 95160                  | Digestie met de enzymen clara-diastrase, taka-diastrase en papaine, hydrolyse met HCl reflux  | Filteren   | HPLC - Fluorimetrie                             | Geen                         | $C_s = C_E \times 10^4/g \times \%recovery$ |
| 5    | Niet uitgevoerd              |   |  |   |                              |   |
| 6    | USP N° 65600 (B1) 60300 (B2) | Digestie met taka-diastrase gedurende 4 uur bij 45°C, hydrolyse met zwavelzuur in autoclaaf bij 120°C gedurende 15'   |  | HPLC met postkolomreagens thiochroom            | Nutriton zuigelingen-voeding | Externe standaardmethode                    |
| 7    | Sigma                        | Takadiastrase van Pfalz en Bauer, 4u - 45°C, pH = 4,5   | Filtratie en derivatisatie, opzuivering op C18 Bond elut kolom   | HPLC - Fluorimetrie (366 nm - 434 nm)           | CRM 383                      | Externe standaardmethode                    |
| 8    | Sigma T 4625                 | Autoclayering in zuur milieu met toevoeging van takadiastrase, pH = 4,5   | Oxidatie in thiochroom, opzuivering op vac-elut, extractie met isobutanol                                | HPLC - Fluorimetrie, kolom RP18, (366 - 434 nm) | CRM 383                      | Externe standaardmethode                    |
| 9    | Geen informatie              | Digestie met diastase, trypsine, zure fosfatase, pH 4,8 - 5,0 gedurende 1 u bij 45°C  | Oxidatie met thiochroom, extractie met isobutanol  | HPLC Fluorimetrie                               | Merk 8181?                   | $\frac{C_s}{(C_{sst} + C_{ais})} - C_b$     |
| 10   | Vitamine B1.HCl              | Digestie met chlorodiastrase oplossing bij 45°C gedurende 1 uur, zure hydrolyse met zwavelzuur, pH ajustering bij 4,5   | Oxidatie met thiochroom, extractie met isopropanol   | HPLC Fluorimetrie                               | Geen informatie              | Externe standaardmethode                    |

**Bijlage 6.6.6: Gebruikte methodologie voor de bepaling van Mineralen**

| Labo | Gebruikte standaard   | Destructie  | Gebruikte meettechniek             | Referentiemateriaal  | Berekeningswijze                                    |
|------|---|---|------------------------------------|--|---|
| 1    | Huismethode   | 2,5 g monster werd gedurende 2,5u gerefluxed met 10 ml water, 12 ml HCl en 4 ml salpeterzuur. Met water aanlengen tot volume. Filtratie | ICP – AES                          | Geen   | Via meetoestel                                      |
| 2    | Merck – Belgolabo standaarden   | Droge verassing in moffeloven bij 550°C. Oplossen van de asrest in HCl.   | AAS – vlam                         | CRM 334  | $C = C' \times V \times f/M$                        |
| 3    |   | Droge verassing in moffeloven bij 550°C. Oplossen van asrest in salpeterzuur, Opwarmen bij 100°C en na afkoelen filtreren               | ICP                                |  | Via kalibratiecurve                                 |
| 4    | Merck standaarden   | Gesloten destructie in een bom Parr. 300 mg product met 3 ml salpeterzuur op 150°C gedurende 4 uren. Gebruik van modifier.              | AAS – vlam                         | Geen   | Via kalibratiecurve                                 |
| 5    | Merck standaarden   | Microgolfdestructie met zwavelzuur, perchloorzuur en salpeterzuur → aanlengen tot 100 ml met HPLC water                                 | AAS – vlam                         | Geen referentiemateriaal met voedingswaren als matrix                          | Via kalibratiecurve                                 |
| 6    | Perkin Elmer gecertificeerde standaarden                              | Natte destructie met geconcentreerd salpeterzuur en perchloorzuur   | AAS – vlam                         | NBS total diet N° 154B   | Standaardadditie met toevoeging van ionisatiebuffer |
| 7    | Reagecon gecertificeerde standaarden Ca, K, Mg, Zn, Merck titrisol Na | Verassen bij 550°C. Voor Ca, K, Na en Mg wordt de as opgelost in salpeterzuur. Voor Zn is de as opgelost in salpeterzuur/HCl            | AAS - vlam                         | CRM 383<br>CRM 380   | Externe standaardmethode                            |
| 8    | Titrisol Merck  | Verassen bij 600°C. As oplossen in salpeterzuur/HCl   | AAS – vlam                         | BCR 63, CRM 381,<br>CRM 383, CRM 380,<br>CRM 398, CRM 399,<br>BCR 185, CRM 278 | Via kalibratiecurve                                 |
| 9    | Merck standaarden   | Microgolfdestructie: 0,2 g product destrueren met salpeterzuur, waterstofperoxyde en water. Na destructie aanlengen tot 10 ml water     | AAS – vlam, gebruik van modifier   | NBS 1549 (melkpoeder)  | Standaardadditie                                    |
| 10   | Merck standaarden   | Verassen bij 550°C overnacht  | Vlamfotometrie Na en K, AAS andere | BCR 384, BCR 63  | Via kalibratiecurve                                 |

Tabel 23a: gehalte vet (g/100g) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 26,55    | 26,15    | 26,03    |          |          |          | 26,24333 | 0,074133 | 0,272274 | -0,21   |
| 2      | 24,36    | 25,41    | 25,58    |          |          |          | 25,11667 | 0,436633 | 0,660782 | -1,06   |
| 3      | 25,6     | 24,7     | 25,4     |          |          |          | 25,23333 | 0,223333 | 0,472582 | -0,97   |
| 4      | 27,79    | 27,44    | 27,48    |          |          |          | 27,57    | 0,0367   | 0,191572 | 0,79    |
| 5      | 31,18    | 29       | 27,32    |          |          |          | 29,16667 | 3,745733 | 1,93539  | 1,99    |
| 6      | 26,83    |          |          |          |          |          | 26,83    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,23    |
| 7      | 24,2     | 24,6     | 24,4     |          |          |          | 24,4     | 0,04     | 0,2      | -1,6    |
| 8      | 26,7     | 26,8     | 27       |          |          |          | 26,83333 | 0,023333 | 0,152753 | 0,23    |
| 9      | 26,23    | 26,22    | 26,49    |          |          |          | 26,31333 | 0,023433 | 0,15308  | -0,16   |
| 10     | 26,5     |          |          |          |          |          | 26,5     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,02   |
| 11     | 29,6     | 26,35    | 25,71    | 29,5     | 27,27    | 26,9     | 27,555   | 2,66627  | 1,632872 | 0,78    |

x 26,6  
s<sub>r</sub> 1,04  
s<sub>R</sub> 1,63  
RSD<sub>R</sub> 6,11  
r 2,9  
R 4,55  
RSD<sub>H</sub> 3,45

Tabel 23b: gehalte vet (g/100g) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 33,03    | 33,43    | 33,21    |          |          |          | 33,22333 | 0,040133 | 0,200333 | 0,22    |
| 2      | 32,67    | 30,94    | 32,34    |          |          |          | 31,98333 | 0,843633 | 0,918495 | -1,14   |
| 3      | 33,8     | 32,7     | 33,8     |          |          |          | 33,43333 | 0,403333 | 0,635085 | 0,45    |
| 4      | 34,66    | 33,94    | 34,97    |          |          |          | 34,52333 | 0,279233 | 0,528425 | 1,63    |
| 5      | 27,77    | 33,44    | 33,08    |          |          |          | 31,43    | 10,0791  | 3,17476  | -1,74   |
| 6      | 33,49    |          |          |          |          |          | 33,49    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,51    |
| 7      | 31,9     | 31,7     | 31,8     |          |          |          | 31,8     | 0,01     | 0,1      | -1,34   |
| 8      | 33,7     | 33,7     | 33,3     |          |          |          | 33,56667 | 0,053333 | 0,23094  | 0,59    |
| 9      | 33,12    | 33,11    | 33,26    |          |          |          | 33,16333 | 0,007033 | 0,083865 | 0,15    |
| 10     | 33,1     |          |          |          |          |          | 33,1     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,08    |
| 11     | 33,34    | 33,37    | 33,04    | 38,4     | 34,56    | 33,49    | 33,56    | 0,33995  | 0,583052 | 0,58    |

x 33,02  
s<sub>r</sub> 1,11  
s<sub>R</sub> 1,31  
RSD<sub>R</sub> 3,97  
r 3,12  
R 3,66  
RSD<sub>H</sub> 3,34

Tabel 25a: gehalte C14:0 (%) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 1,9      | 1,7      | 1,6      |          |          |          | 1,733333 | 0,023333 | 0,152753 | 0,13    |
| 2      | 1,3      |          |          |          |          |          | 1,3      | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,86   |
| 3      | 2,3      |          |          |          |          |          | 2,3      | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,42    |
| 4      | 0,8      | 0,7      | 0,8      |          |          |          | 0,766667 | 0,003333 | 0,057735 | -2,07   |
| 5      | 1,67     | 1,62     | 1,66     |          |          |          | 1,65     | 0,0007   | 0,026458 | -0,06   |
| 6      | 1,71     | 1,82     | 1,78     |          |          |          | 1,77     | 0,0031   | 0,055678 | 0,21    |
| 7      | 2,28     |          |          |          |          |          | 2,28     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,37    |
| 8      | 1,6      | 1,6      | 1,7      |          |          |          | 1,633333 | 0,003333 | 0,057735 | -0,1    |
| 9      | 1,6      | 1,7      | 1,7      |          |          |          | 1,666667 | 0,003333 | 0,057735 | -0,02   |
| 10     | 1,74     | 1,57     | 1,67     |          |          |          | 1,66     | 0,0073   | 0,08544  | -0,04   |

x 1,61  
s<sub>r</sub> 0,08  
s<sub>R</sub> 0,4  
RSD<sub>R</sub> 24,8  
r 0,22  
R 1,12  
RSD<sub>H</sub> 4,53

Tabel 25b: gehalte C14:0 (%) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 1,7      | 1,6      | 1,7      |          |          |          | 1,666667 | 0,003333 | 0,057735 | 0,12    |
| 2      | 1,12     |          |          |          |          |          | 1,12     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -1,31   |
| 3      | 1,7      |          |          |          |          |          | 1,7      | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,21    |
| 4      | 0,8      | 1,1      | 0,9      |          |          |          | 0,933333 | 0,023333 | 0,152753 | -1,8    |
| 5      | 1,68     | 1,65     | 1,68     |          |          |          | 1,67     | 0,0003   | 0,017321 | 0,13    |
| 6      | 1,76     | 1,7      | 1,71     |          |          |          | 1,723333 | 0,001033 | 0,032146 | 0,27    |
| 7      | 2,35     |          |          |          |          |          | 2,35     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,91    |
| 8      | 1,6      | 1,7      | 1,7      |          |          |          | 1,666667 | 0,003333 | 0,057735 | 0,12    |
| 9      | 1,6      | 1,5      | 1,6      |          |          |          | 1,566667 | 0,003333 | 0,057735 | -0,14   |
| 10     | 1,91     | 1,65     | 1,83     |          |          |          | 1,796667 | 0,017733 | 0,133167 | 0,46    |

x 1,59  
s<sub>r</sub> 0,09  
s<sub>R</sub> 0,34  
RSD<sub>R</sub> 21,4  
r 0,24  
R 0,95  
RSD<sub>H</sub> 4,4

Tabel 27a: gehalte C16:0 (%) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 25       | 23,7     | 23,1     |          |          |          | 23,93333 | 0,943333 | 0,971253 | -0,08   |
| 2      | 23,64    |          |          |          |          |          | 23,64    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,22   |
| 3      | 28,2     |          |          |          |          |          | 28,2     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,93    |
| 4      | 20,3     | 20,2     | 19,9     |          |          |          | 20,13333 | 0,043333 | 0,208167 | -1,88   |
| 5      | 23,91    | 23,93    | 23,79    |          |          |          | 23,87667 | 0,005733 | 0,075719 | -0,11   |
| 6      | 27,63    | 25,89    | 25,84    |          |          |          | 26,45333 | 1,039033 | 1,01933  | 1,11    |
| 7      | 23,33    |          |          |          |          |          | 23,33    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,37   |
| 8      | 24,1     | 24       | 24,1     |          |          |          | 24,06667 | 0,003333 | 0,057735 | -0,02   |
| 9      | 24,5     | 22,3     | 22,1     |          |          |          | 22,96667 | 1,773333 | 1,331666 | -0,54   |
| 10     | 24,5     | 24,4     | 24,5     |          |          |          | 24,46667 | 0,003333 | 0,057735 | 0,17    |

x 23,87  
s<sub>r</sub> 0,74  
s<sub>R</sub> 2,07  
RSD<sub>R</sub> 8,67  
r 2,07  
R 5,8  
RSD<sub>H</sub> 3,03

Tabel 27b: gehalte C16:0 (%) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 26,5     | 25,6     | 26,3     |          |          |          | 26,13333 | 0,223333 | 0,472582 | 0,32    |
| 2      | 25,37    |          |          |          |          |          | 25,37    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,72   |
| 3      | 26,2     |          |          |          |          |          | 26,2     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,41    |
| 4      | 24,7     | 25,8     | 25,1     |          |          |          | 25,2     | 0,31     | 0,556776 | -0,95   |
| 5      | 25,84    | 25,87    | 25,81    |          |          |          | 25,84    | 0,0009   | 0,03     | -0,08   |
| 6      | 25,85    | 27,37    | 27,4     |          |          |          | 26,87333 | 0,785633 | 0,88636  | 1,32    |
| 7      | 25,85    |          |          |          |          |          | 25,85    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,07   |
| 8      | 26,5     | 26,2     | 26,1     |          |          |          | 26,26667 | 0,043333 | 0,208167 | 0,5     |
| 9      | 24,5     | 24,9     | 24       |          |          |          | 24,46667 | 0,203333 | 0,450925 | -1,95   |
| 10     | 28       | 25,9     | 26,5     |          |          |          | 26,8     | 1,17     | 1,081665 | 1,22    |

x 25,92  
s<sub>r</sub> 0,63  
s<sub>R</sub> 0,94  
RSD<sub>R</sub> 3,63  
r 1,75  
R 2,62  
RSD<sub>H</sub> 2,89

Tabel 29a: gehalte C18:0 (%) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 11,7     | 12,2     | 12,2     |          |          |          | 12,03333 | 0,083333 | 0,288675 | -0,73   |
| 2      | 13,73    |          |          |          |          |          | 13,73    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,69    |
| 3      | 14,5     |          |          |          |          |          | 14,5     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,34    |
| 4      | 11,4     | 11,5     | 11,6     |          |          |          | 11,5     | 0,01     | 0,1      | -1,18   |
| 5      | 13,85    | 13,73    | 13,66    |          |          |          | 13,74667 | 0,009233 | 0,09609  | 0,71    |
| 6      | 15,28    | 13,54    | 13,88    |          |          |          | 14,23333 | 0,850533 | 0,922244 | 1,12    |
| 7      | 11,66    |          |          |          |          |          | 11,66    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -1,05   |
| 8      | 12,3     | 12,3     | 12,3     |          |          |          | 12,3     | 0        | 0        | -0,51   |
| 9      | 12,7     | 11,1     | 11       |          |          |          | 11,6     | 0,91     | 0,953939 | -1,1    |
| 10     | 13,7     | 13,5     | 14       |          |          |          | 13,73333 | 0,063333 | 0,251661 | 0,7     |

X 12,8  
 S<sub>r</sub> 0,52  
 S<sub>R</sub> 1,22  
 RSD<sub>R</sub> 9,66  
 r 1,47  
 R 3,42  
 RSD<sub>H</sub> 3,32

Tabel 29b: gehalte C18:0 (%) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 13,8     | 14,2     | 13,6     |          |          |          | 13,86667 | 0,093333 | 0,305505 | -0,3    |
| 2      | 15,86    |          |          |          |          |          | 15,86    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,67    |
| 3      | 14,4     |          |          |          |          |          | 14,4     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,23    |
| 4      | 14,5     | 14,5     | 14,8     |          |          |          | 14,6     | 0,03     | 0,173205 | 0,42    |
| 5      | 14,84    | 14,89    | 14,86    |          |          |          | 14,86333 | 0,000633 | 0,025166 | 0,68    |
| 6      | 14,49    | 15,28    | 15,38    |          |          |          | 15,05    | 0,2377   | 0,487545 | 0,87    |
| 7      | 12,68    |          |          |          |          |          | 12,68    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -1,48   |
| 8      | 14       | 13,7     | 13,3     |          |          |          | 13,66667 | 0,123333 | 0,351188 | -0,5    |
| 9      | 12,7     | 12,9     | 12,4     |          |          |          | 12,66667 | 0,063333 | 0,251661 | -1,49   |
| 10     | 14,1     | 14,2     | 13,9     |          |          |          | 14,06667 | 0,023333 | 0,152753 | -0,1    |

X 14,14  
 S<sub>r</sub> 0,29  
 S<sub>R</sub> 0,93  
 RSD<sub>R</sub> 6,58  
 r 0,8  
 R 2,6  
 RSD<sub>H</sub> 3,18

Tabel 31a: gehalte C18:1 (%) in leverpastel A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 41,8     | 41,9     | 42,6     |          |          |          | 42,1     | 0,19     | 0,43589  | -0,01   |
| 2      | 45,19    |          |          |          |          |          | 45,19    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,79    |
| 3      | 42,5     |          |          |          |          |          | 42,5     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,23    |
| 4      | 39,3     | 39,7     | 40,4     |          |          |          | 39,8     | 0,31     | 0,556776 | -1,34   |
| 5      | 42,34    | 42,49    | 42,97    |          |          |          | 42,6     | 0,1083   | 0,32909  | 0,29    |
| 6      | 42,9     | 45,58    | 45,03    |          |          |          | 44,50333 | 2,003633 | 1,415498 | 1,39    |
| 7      | 40,04    |          |          |          |          |          | 40,04    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -1,2    |
| 8      | 41,7     | 41,7     | 41,5     |          |          |          | 41,63333 | 0,013333 | 0,11547  | -0,28   |
| 9      | 41,1     | 42       | 41,3     |          |          |          | 41,46667 | 0,223333 | 0,472582 | -0,37   |
| 10     | 40,7     | 42,1     | 41       |          |          |          | 41,26667 | 0,543333 | 0,737111 | -0,49   |

X 41,99  
 S<sub>r</sub> 0,7  
 S<sub>R</sub> 1,64  
 RSD<sub>R</sub> 3,91  
 T 1,95  
 R 4,61  
 RSD<sub>H</sub> 3,94

Tabel 31b: gehalte C18:1 (%) in leverpastel B

| Lab n° | Result 1  | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|-----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 40,9      | 41       | 41,1     |          |          |          | 41       | 0,01     | 0,1      | 0,08    |
| 2      | 44,12     |          |          |          |          |          | 44,12    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 1,38    |
| 3      | 38,5      |          |          |          |          |          | 38,5     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,96   |
| 4      | 42,9      | 41,1     | 42,3     |          |          |          | 42,1     | 0,84     | 0,916515 | 0,54    |
| 5      | 42,04     | 41,91    | 42,05    |          |          |          | 42       | 0,0061   | 0,078102 | 0,49    |
| 6      | 44,25     | 43,04    | 42,8     |          |          |          | 43,36333 | 0,604033 | 0,777196 | 1,06    |
| 7      | 37,92     |          |          |          |          |          | 37,92    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -1,21   |
| 8      | 40,7      | 40,8     | 41       |          |          |          | 40,83333 | 0,023333 | 0,152753 | 0,01    |
| 9      | 41,3      | 42,6     | 40,9     |          |          |          | 41,6     | 0,79     | 0,888819 | 0,33    |
| 10     | 36,4 37,8 |          | 37       |          |          |          | 36,7     | 0,18     | 0,424264 | -1,71   |

X 41,16  
 S<sub>r</sub> 0,6  
 S<sub>R</sub> 2,11  
 RSD<sub>R</sub> 5,13  
 R 1,69  
 R 5,91  
 RSD<sub>H</sub> 3,81

Tabel 33a: gehalte C18:2 (%) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance  | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|-----------|----------|---------|
| 1      | 12,6     | 12,4     | 12,8     |          |          |          | 12,6     | 0,04      | 0,2      | 0,4     |
| 2      | 13,32    |          |          |          |          |          | 13,32    | #DEEL/0!  | #DEEL/0! | 0,74    |
| 3      | 6,8      |          |          |          |          |          | 6,8      | #DEEL/0!  | #DEEL/0! | -2,34   |
| 4      | 11,9     | 11,9     | 12,3     |          |          |          | 12,03333 | 0,0533333 | 0,23094  | 0,13    |
| 5      | 13,77    | 13,73    | 13,53    |          |          |          | 13,67667 | 0,016533  | 0,128582 | 0,9     |
| 6      | 10,91    | 11,43    | 11,73    |          |          |          | 11,35667 | 0,172133  | 0,41489  | -0,19   |
| 7      | 11,21    |          |          |          |          |          | 11,21    | #DEEL/0!  | #DEEL/0! | -0,26   |
| 8      | 13,2     | 13       | 12,8     |          |          |          | 13       | 0,04      | 0,2      | 0,58    |
| 9      | 13,2     | 13,9     | 13,9     |          |          |          | 13,66667 | 0,163333  | 0,404145 | 0,9     |
| 10     | 9,9      | 9,57     | 10,4     |          |          |          | 9,956667 | 0,174633  | 0,417892 | -0,85   |

x 12,09  
s<sub>r</sub> 0,31  
s<sub>R</sub> 1,75  
RSD<sub>R</sub> 14,47  
r 0,86  
R 4,9  
RSD<sub>H</sub> 4,72

Tabel 33b: gehalte C18:2 (%) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 10,6     | 10,5     | 10,9     |          |          |          | 10,66667 | 0,043333 | 0,208167 | -0,6     |
| 2      | 11,44    |          |          |          |          |          | 11,44    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,64     |
| 3      | 11,4     |          |          |          |          |          | 11,4     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,57     |
| 4      | 11,6     | 12       | 11,5     |          |          |          | 11,7     | 0,07     | 0,264575 | 1,05     |
| 5      | 11,58    | 11,54    | 11,55    |          |          |          | 11,55667 | 0,000433 | 0,020817 | 0,82     |
| 6      | 11,9     | 11,02    | 11,11    |          |          |          | 11,34333 | 0,234433 | 0,484183 | 0,48     |
| 7      | 10,45    |          |          |          |          |          | 10,45    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,95    |
| 8      | 11       | 11,1     | 11       |          |          |          | 11,03333 | 0,003333 | 0,057735 | -0,02    |
| 9      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 10     | 9,7      | 9,59     | 10,1     |          |          |          | 9,796667 | 0,072033 | 0,26839  | -2       |

x 11,03  
s<sub>r</sub> 0,27  
s<sub>R</sub> 0,69  
RSD<sub>R</sub> 6,26  
r 0,74  
R 1,94  
RSD<sub>H</sub> 4,66



Tabel 35a: gehalte Vitamine A ( $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) in leverpastei A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 5004     | 5211     | 5123     |          |          |          | 5112,667 | 10792,33 | 103,8862 | -1,48    |
| 2      | 10870    | 10590    | 10620    |          |          |          | 10693,33 | 23633,33 | 153,7314 | 1,59     |
| 3      | 6900     | 6630     | 7230     |          |          |          | 6920     | 90300    | 300,4996 | -0,49    |
| 4      | 10219    | 10272    | 10239    |          |          |          | 10243,33 | 716,3333 | 26,7644  | 1,34     |
| 5      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 6      | 7877     | 8296     | 8029     |          |          |          | 8067,333 | 44992,33 | 212,114  | 0,14     |
| 7      | 7700     | 6800     | 7200     |          |          |          | 7233,333 | 203333,3 | 450,925  | -0,31    |
| 8      | 5200     | 6700     | 6500     |          |          |          | 6133,333 | 663333,3 | 814,4528 | -0,92    |
| 9      | 7610     | 7378     | 6685     |          |          |          | 7224,333 | 231616,3 | 481,2653 | -0,32    |
| 10     | 7967     | 9213     | 8651     | 9049     | 8221     |          | 8620,2   | 280565,2 | 529,6841 | 0,45     |

x 7862  
 $s_r$  428  
 $s_R$  1809  
 $RSD_R$  23,01  
 $r$  1198  
 $R$  6067  
 $RSD_H$  8,28

Tabel 35b: gehalte Vitamine A ( $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) in leverpastei B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 1820     | 1818     | 1828     |          |          |          | 1822     | 28       | 5,291503 | -1,25    |
| 2      | 3000     | 2700     | 3000     |          |          |          | 2900     | 30000    | 173,2051 | 0,61     |
| 3      | 2540     | 2460     | 2530     |          |          |          | 2510     | 1900     | 43,58899 | -0,06    |
| 4      | 3403     | 3358     | 3346     |          |          |          | 3369     | 903      | 30,04996 | 1,42     |
| 5      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 6      | 2578     | 2553     | 2476     |          |          |          | 2535,667 | 2826,333 | 53,16327 | -0,02    |
| 7      | 2200     | 2200     | 2200     |          |          |          | 2200     | 0        | 0        | -0,6     |
| 8      | 1800     | 2100     | 1900     |          |          |          | 1933,333 | 23333,33 | 152,7525 | -1,06    |
| 9      | 3386     | 3489     | 3357     |          |          |          | 3410,667 | 4812,333 | 69,37098 | 1,5      |
| 10     | 2663     | 2121     | 2103     | 2270     | 2026     |          | 2236,6   | 64624,3  | 254,2131 | -0,54    |

x 2525  
 $s_r$  139  
 $s_R$  576  
 $RSD_R$  22,8  
 $r$  389  
 $R$  1614  
 $RSD_H$  13,9

Tabel 37a: gehalte Vitamine B2 ( $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) in drankyoghurt A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 136      | 133      |          |          |          |          | 134,5    | 4,5      | 2,12132  | 0,64     |
| 2      | 130      | 126      | 125      |          |          |          | 127      | 7        | 2,645751 | 0,35     |
| 3      | 180      | 170      | 150      |          |          |          | 166,6667 | 233,3333 | 15,27525 | 1,92     |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 89,7     | 89,9     | 90,1     |          |          |          | 89,9     | 0,04     | 0,2      | -1,12    |
| 6      | 120      | 116      | 119      |          |          |          | 118,3333 | 4,333333 | 2,081666 | 0        |
| 7      | 92       | 93       | 81       |          |          |          | 88,66667 | 44,33333 | 6,658328 | -1,17    |
| 8      | 93,5     | 92       | 90,5     |          |          |          | 92       | 2,25     | 1,5      | -1,04    |
| 9      | 126,9    | 131,6    | 118,3    |          | 120      |          | 125,6    | 45,49    | 6,744627 | 0,29     |
| 10     | 131,3    | 119,8    | 124,1    | 117,8    | 120      | 114,4    | 121,2333 | 34,32267 | 5,858555 | 0,12     |

X 117,96  
 $s_r$  6,52  
 $s_R$  24,96  
 $RSD_R$  21,16  
 $r$  18,25  
 $R$  69,88  
 $RSD_H$  15,56

Tabel 37b: gehalte Vitamine B2 ( $\mu\text{g}/100\text{g}$ ) in drankyoghurt B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 132      | 123      |          |          |          |          | 127,5    | 40,5     | 6,363961 | 0,51     |
| 2      | 129      | 129      | 125      |          |          |          | 127,6667 | 5,333333 | 2,309401 | 0,51     |
| 3      | 160      | 170      | 150      |          |          |          | 160      | 100      | 10       | 1,79     |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 87,7     | 87,2     | 87,6     |          |          |          | 87,5     | 0,07     | 0,264575 | -1,07    |
| 6      | 126      | 124      | 123      |          |          |          | 124,3333 | 2,333333 | 1,527525 | 0,38     |
| 7      | 82,5     | 80       | 79,5     |          |          |          | 80,66667 | 2,583333 | 1,607275 | -1,34    |
| 8      | 88,5     | 89       | 87       |          |          |          | 88,16667 | 1,083333 | 1,040833 | -1,04    |
| 9      | 129,2    | 130,7    | 110,9    |          | 116      |          | 123,6    | 121,53   | 11,02406 | 0,35     |
| 10     | 111,8    | 105,2    | 114,2    | 112      | 116      | 113,2    | 112,0667 | 13,70667 | 3,702252 | -0,1     |

X 113,9  
 $s_r$  5,36  
 $s_R$  24,95  
 $RSD_R$  21,91  
 $r$  15,01  
 $R$  69,85  
 $RSD_H$  15,67

Tabel 39a: gehalte calcium (mg/kg) in gelyofiliseerde spinazie A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 17800    | 14400    |          |          |          |          | 16100    | 5780000  | 2404,163 | -0,56    |
| 2      | 19750    | 20415    | 18752    |          |          |          | 19639    | 700633   | 837,0382 | 0,3      |
| 3      | 14452    | 14773    | 14847    |          |          |          | 14690,67 | 44090,33 | 209,977  | -0,9     |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 12194    | 11125    | 11322    |          |          |          | 11547    | 323659   | 568,9104 | -1,67    |
| 6      | 25210    | 20951    | 20870    |          |          |          | 22343,67 | 6163540  | 2482,648 | 0,96     |
| 7      | 19457    |          |          |          |          |          | 19457    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,26     |
| 8      | 18723    | 18830    | 20319    |          |          |          | 19290,67 | 795964,3 | 892,1683 | 0,22     |
| 9      | 23400    | 23950    | 23080    | 25610    | 24670    |          | 24142    | 1037270  | 1018,465 | 1,4      |

x 18909  
s<sub>r</sub> 1316  
s<sub>R</sub> 4659  
RSD<sub>R</sub> 24,64  
r 3685  
R 13045  
RSD<sub>H</sub> 3,63

Tabel 39b: gehalte calcium (mg/kg) in gelyofiliseerde spinazie B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 17700    | 16300    |          |          |          |          | 17000    | 980000   | 989,9495 | -0,2     |
| 2      | 18475    | 19370    | 17890    |          |          |          | 18578,33 | 555608,3 | 745,3914 | 0,21     |
| 3      | 14324    | 14626    | 14719    |          |          |          | 14556,33 | 42646,33 | 206,5089 | -0,85    |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 10545    | 11020    | 11140    |          |          |          | 10901,67 | 99008,33 | 314,6559 | -1,81    |
| 6      | 18376    | 18842    | 18530    |          |          |          | 18582,67 | 56369,33 | 237,4223 | 0,21     |
| 7      | 19565    |          |          |          |          |          | 19565    | #DEEL/0! | #DEEL/0! | 0,47     |
| 8      | 17697    | 19140    | 20900    |          |          |          | 19245,67 | 2573176  | 1604,112 | 0,39     |
| 9      | 23700    | 24860    | 23770    | 22960    | 23660    |          | 23790    | 464800   | 681,7624 | 1,58     |

x 18179  
s<sub>r</sub> 796  
s<sub>R</sub> 4346  
RSD<sub>R</sub> 23,9  
r 2227  
R 12169  
RSD<sub>H</sub> 3,66

Tabel 41a: gehalte natrium (mg/kg) in gelyofiliseerde spinazie A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 1040     | 1010     |          |          |          |          | 1025     | 450      | 21,2132  | -0,39   |
| 2      | 1440     | 1145     | 1695     |          |          |          | 1426,667 | 75758,33 | 275,2423 | 0,77    |
| 3      | 1050     | 1064     | 1056     |          |          |          | 1056,667 | 49,33333 | 7,023769 | -0,3    |
| 4      | 1016     | 1015     |          |          |          |          | 1015,5   | 0,5      | 0,707107 | -0,42   |
| 5      | 884      | 823      | 848      |          |          |          | 851,6667 | 940,3333 | 30,66486 | -0,89   |
| 6      | 690      | 793      | 670      |          |          |          | 717,6667 | 4356,333 | 66,00253 | -1,27   |
| 7      | 1893     | 1815     | 1975     |          |          |          | 1894,333 | 6401,333 | 80,00833 | 2,12    |
| 8      | 1330     | 1319     | 1167     |          |          |          | 1272     | 8299     | 91,09885 | 0,32    |
| 9      | 1189     | 1112     | 1233     | 1174     | 1201     |          | 1181,8   | 1993,7   | 44,65087 | 0,06    |

x 1140  
s<sub>r</sub> 55  
s<sub>R</sub> 359  
RSD<sub>R</sub> 31,49  
r 154  
R 1005  
RSD<sub>H</sub> 5,54

Tabel 41b: gehalte natrium (mg/kg) in gelyofiliseerde spinazie B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 1040     | 1080     |          |          |          |          | 1060     | 800      | 28,28427 | -0,27   |
| 2      | 1520     | 1395     | 1435     |          |          |          | 1450     | 4075     | 63,83573 | 1,18    |
| 3      | 1134     | 1219     | 1021     |          |          |          | 1124,667 | 9866,333 | 99,32942 | -0,03   |
| 4      | 1058     | 1044     | 1000     |          |          |          | 1034     | 916      | 30,26549 | -0,37   |
| 5      | 882      | 821      | 853      |          |          |          | 852      | 931      | 30,51229 | -1,04   |
| 6      | 727      | 680      | 607      |          |          |          | 671,3333 | 3656,333 | 60,46762 | -1,72   |
| 7      | 1449     | 1488     | 1449     |          |          |          | 1462     | 507      | 22,51666 | 1,23    |
| 8      | 1450     | 1429     | 1256     |          |          |          | 1378,333 | 11334,33 | 106,4628 | 0,92    |
| 9      | 1166     | 1102     | 1167     | 1261     | 1096     |          | 1158,4   | 4433,3   | 66,58303 | 0,1     |

x 1137  
s<sub>r</sub> 65  
s<sub>R</sub> 270  
RSD<sub>R</sub> 23,75  
r 183  
R 755  
RSD<sub>H</sub> 5,54

Tabel 46a: gehalte natrium (mg/kg) in gelyofiliseerde drankyoghurt A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 4200     | 4200     |          |          |          |          | 4200     | 0        | 0        | 0,1      |
| 2      | 3810     | 3850     | 4155     |          |          |          | 3938,333 | 35608,33 | 188,7017 | -0,72    |
| 3      | 4047     | 3996     | 3937     |          |          |          | 3993,333 | 3030,333 | 55,04846 | -0,55    |
| 4      | 4320     | 4460     | 4350     |          |          |          | 4376,667 | 5433,333 | 73,71115 | 0,65     |
| 5      | 3735     | 3990     | 3845     |          |          |          | 3856,667 | 16358,33 | 127,8997 | -0,97    |
| 6      | 3660     | 3600     | 3730     |          |          |          | 3663,333 | 4233,333 | 65,06407 | -1,58    |
| 7      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 8      | 4064     | 4064     | 4044     |          |          |          | 4057,333 | 133,3333 | 11,54701 | -0,35    |
| 9      | 4710     | 4520     | 4317     |          |          |          | 4515,667 | 38626,33 | 196,5358 | 1,08     |
| 10     | 4636     | 4619     | 4754     |          |          |          | 4669,667 | 5406,333 | 73,52777 | 1,56     |
| 11     | 4608     | 4309     | 4521     | 4537     | 4089     |          | 4412,8   | 45214,2  | 212,6363 | 0,76     |

x 4183  
s<sub>r</sub> 138  
s<sub>R</sub> 342  
RSD<sub>R</sub> 8,18  
r 386  
R 957  
RSD<sub>H</sub> 4,56

Tabel 46b: gehalte natrium (mg/kg) in gelyofiliseerde drankyoghurt B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 4140     | 4020     |          |          |          |          | 4080     | 7200     | 84,86281 | 0,17    |
| 2      | 3820     | 3960     | 4380     |          |          |          | 4053,333 | 84933,33 | 291,4332 | 0,14    |
| 3      | 3982     | 3966     | 3971     |          |          |          | 3973     | 67       | 8,185353 | 0,03    |
| 4      | 4440     | 4350     | 4320     |          |          |          | 4370     | 3900     | 62,44998 | 0,55    |
| 5      | 4057     | 3930     | 3966     |          |          |          | 3984,333 | 4284,333 | 65,45482 | 0,04    |
| 6      | 3700     | 3730     | 3750     |          |          |          | 3726,667 | 633,3333 | 25,16611 | -0,29   |
| 7      | 2095     | 1425     | 1731     |          |          |          | 1750,333 | 112505,3 | 335,4181 | -2,87   |
| 8      | 4258     | 4111     | 4258     |          |          |          | 4209     | 7203     | 84,87049 | 0,34    |
| 9      | 4427     | 4637     | 4256     |          |          |          | 4440     | 36417    | 190,8324 | 0,64    |
| 10     | 4518     | 4463     | 4513     |          |          |          | 4498     | 925      | 30,41381 | 0,72    |
| 11     | 4150     | 4311     | 4149     | 4664     | 4545     |          | 4363,8   | 54397,7  | 233,2331 | 0,54    |

x 3970  
s<sub>r</sub> 178  
s<sub>R</sub> 777  
RSD<sub>R</sub> 19,6  
r 498  
R 2176  
RSD<sub>H</sub> 4,6

Tabel 48a: gehalte magnesium (mg/kg) in volkorenbloem A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 814      | 782      |          |          |          |          | 798      | 512      | 22,62742 | 1,56     |
| 2      | 720      | 716      | 748      |          |          |          | 728      | 304      | 17,4356  | 0,03     |
| 3      | 708      | 803      | 707      |          |          |          | 739,3333 | 3040,333 | 55,13922 | 0,28     |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 622      | 660      | 654      |          |          |          | 645,3333 | 417,3333 | 20,42874 | -1,77    |
| 6      | 711      | 712      | 721      |          |          |          | 714,6667 | 30,33333 | 5,507571 | -0,26    |
| 7      | 721      | 721      | 695      |          |          |          | 712,3333 | 225,3333 | 15,01111 | -0,31    |
| 8      | 724      | 703      | 718      |          |          |          | 715      | 117      | 10,81665 | -0,25    |
| 9      | 695      | 700      | 702      |          |          |          | 699      | 13       | 3,605551 | -0,6     |
| 10     | 771      | 797      | 803      | 758      | 808      |          | 787,4    | 473,3    | 21,75546 | 1,33     |

x 728,4  
s<sub>r</sub> 23,7  
s<sub>R</sub> 50,1  
RSD<sub>R</sub> 6,88  
r 66,4  
R 140,3  
RSD<sub>H</sub> 5,66

Tabel 48b: gehalte magnesium (mg/kg) in volkorenbloem B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 800      | 753      |          |          |          |          | 776,5    | 1104,5   | 33,23402 | 0,79     |
| 2      | 732      | 658      | 757      |          |          |          | 715,6667 | 2650,333 | 51,48139 | -0,51    |
| 3      | 710      | 709      | 711      |          |          |          | 710      | 1        | 1        | -0,63    |
| 4      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 5      | 646      | 635      | 665      |          |          |          | 648,6667 | 230,3333 | 15,17674 | -1,94    |
| 6      | 720      | 735      | 700      |          |          |          | 718,3333 | 308,3333 | 17,55942 | -0,46    |
| 7      | 761      | 751      | 749      |          |          |          | 753,6667 | 41,33333 | 6,429101 | 0,3      |
| 8      | 745      | 755      | 743      |          |          |          | 747,6667 | 41,33333 | 6,429101 | 0,17     |
| 9      | 785      | 807      | 783      |          |          |          | 791,6667 | 177,3333 | 13,31666 | 1,11     |
| 10     | 765      | 779      | 866      | 768      | 797      |          | 795      | 1732,5   | 41,62331 | 1,18     |

x 742,3  
s<sub>r</sub> 28  
s<sub>R</sub> 53,4  
RSD<sub>R</sub> 7,19  
r 78,5  
R 149,5  
RSD<sub>H</sub> 5,9

Tabel 50a: gehalte kalium (mg/kg) in volkorenbloem A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 3380     | 3140     |          |          |          |          | 3260     | 28800    | 169,7056 | 0,75    |
| 2      | 2815     | 2425     | 3080     |          |          |          | 2773,333 | 108558,3 | 329,4819 | -0,25   |
| 3      | 2805     | 2664     | 2772     |          |          |          | 2747     | 5439     | 73,74958 | -0,3    |
| 4      | 1923     | 1874     | 1960     |          |          |          | 1919     | 1861     | 43,13931 | -2,01   |
| 5      | 2480     | 2490     | 2450     |          |          |          | 2473,333 | 433,3333 | 20,81666 | -0,87   |
| 6      | 3584     | 3268     | 3774     |          |          |          | 3542     | 65332    | 255,6013 | 1,33    |
| 7      | 2678     | 2653     | 2627     |          |          |          | 2652,667 | 650,3333 | 25,50163 | -0,5    |
| 8      | 2934     | 2934     | 3117     |          |          |          | 2995     | 11163    | 105,6551 | 0,21    |
| 9      | 3202     | 3194     | 3228     |          |          |          | 3208     | 316      | 17,77639 | 0,65    |
| 10     | 3440     | 3340     | 3510     | 3290     | 3300     |          | 3376     | 9130     | 95,55103 | 0,99    |

x 2914  
 s<sub>r</sub> 147  
 s<sub>R</sub> 505  
 RSD<sub>R</sub> 17,33  
 r 411  
 R 1414  
 RSD<sub>H</sub> 4,82

Tabel 50b: gehalte kalium (mg/kg) in volkorenbloem B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 3290     | 3000     |          |          |          |          | 3145     | 42050    | 205,061  | 0,46    |
| 2      | 2800     | 2390     | 3105     |          |          |          | 2765     | 128725   | 358,7827 | -0,3    |
| 3      | 3274     | 3665     | 3256     |          |          |          | 3398,333 | 53414,33 | 231,1154 | 0,96    |
| 4      | 1877     | 1908     | 1806     |          |          |          | 1863,667 | 2734,333 | 52,29085 | -2,09   |
| 5      | 2536     | 2050     | 2140     |          |          |          | 2242     | 66852    | 258,5575 | -1,33   |
| 6      | 3268     | 3566     | 3328     |          |          |          | 3387,333 | 24841,33 | 157,6113 | 0,94    |
| 7      | 2985     | 2886     | 2886     |          |          |          | 2919     | 3267     | 57,15768 | 0,01    |
| 8      | 2890     | 2956     | 3092     |          |          |          | 2979,333 | 10609,33 | 103,0016 | 0,13    |
| 9      | 3179     | 3205     | 3182     |          |          |          | 3188,667 | 202,3333 | 14,22439 | 0,55    |
| 10     | 3260     | 3210     | 3320     | 3210     | 3250     |          | 3250     | 2050     | 45,27693 | 0,67    |

x 2928  
 s<sub>r</sub> 173  
 s<sub>R</sub> 522  
 RSD<sub>R</sub> 17,84  
 r 486  
 R 1463  
 RSD<sub>H</sub> 4,79

Tabel 52a: gehalte zink (mg/kg) in volkorenbloem A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
| 1      | 28,1     | 23,1     |          |          |          |          | 25,6     | 12,5     | 3,535534 | 0,69    |
| 2      | 21,8     | 22       | 22,2     |          |          |          | 22       | 0,04     | 0,2      | -0,1    |
| 3      | 14       | 14       | 18       |          |          |          | 15,33333 | 5,333333 | 2,309401 | -1,58   |
| 4      | 21,1     | 20,7     | 20,5     |          |          |          | 20,76667 | 0,093333 | 0,305505 | -0,38   |
| 5      | 22,3     | 24,3     | 20,4     |          |          |          | 22,33333 | 3,803333 | 1,950214 | -0,03   |
| 6      | 30       | 31       | 38       |          |          |          | 33       | 19       | 4,358899 | 2,33    |
| 7      | 20,6     | 22,8     | 23,8     |          |          |          | 20,6     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,41   |
| 8      | 22,2     | 20,1     | 20,4     |          |          |          | 22,93333 | 0,653333 | 0,80829  | 0,1     |
| 9      | 19,8     | 21,2     | 22,1     | 23       | 22       |          | 20,1     | 0,09     | 0,3      | -0,52   |
| 10     | 21,8     |          |          |          |          |          | 22,02    | 0,422    | 0,649615 | -0,1    |

x 22,46  
s<sub>r</sub> 1,95  
s<sub>R</sub> 4,82  
RSD<sub>R</sub> 21,46  
r 5,46  
R 13,51  
RSD<sub>H</sub> 9,99

Tabel 52b: gehalte zink (mg/kg) in volkorenbloem B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 30,2     | 22       |          |          |          |          | 26,1     | 33,62    | 5,798276 | 0,91     |
| 2      | 21,4     | 20       | 22,3     |          |          |          | 21,23333 | 1,343333 | 1,159023 | -0,31    |
| 3      | 16       | 15       | 16       |          |          |          | 15,66667 | 0,333333 | 0,57735  | -1,7     |
| 4      | 19,9     | 20,6     | 18,9     |          |          |          | 19,8     | 0,73     | 0,8544   | -0,67    |
| 5      | 22,1     | 19,1     | 23       |          |          |          | 21,4     | 4,17     | 2,042058 | -0,27    |
| 6      | 35       | 28       | 27       |          |          |          | 30       | 19       | 4,358899 | 1,89     |
| 7      | 21,8     | 23,3     | 23,3     |          |          |          | 21,8     | #DEEL/0! | #DEEL/0! | -0,17    |
| 8      | 23,2     | 23       | 22,7     | 23,5     | 22,7     |          | 23,26667 | 0,003333 | 0,057735 | 0,2      |
| 9      |          | 23       |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 10     | 22,4     |          |          |          |          |          | 22,86    | 0,173    | 0,415933 | 0,1      |

x 22,4  
s<sub>r</sub> 2,2  
s<sub>R</sub> 4,4  
RSD<sub>R</sub> 19,69  
r 6,3  
R 12,3  
RSD<sub>H</sub> 9,98



Tabel 43a: gehalte magnesium (mg/kg) in gelyofiliseerde drankyoghurt A

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 996      | 973      |          |          |          |          | 984,5    | 264,5    | 16,26346 | -0,08    |
| 2      | 1058     | 930      | 1115     |          |          |          | 1034,333 | 8976,333 | 94,74351 | 0,66     |
| 3      | 964      | 962      | 954      |          |          |          | 960      | 28       | 5,291503 | -0,44    |
| 4      | 1030     | 1020     | 1030     |          |          |          | 1026,667 | 33,33333 | 5,773503 | 0,55     |
| 5      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 6      | 875      | 875      | 890      |          |          |          | 880      | 75       | 8,660254 | -1,62    |
| 7      | 872      | 874      | 888      |          |          |          | 878      | 76       | 8,717798 | -1,65    |
| 8      | 998      | 991      | 991      |          |          |          | 993,3333 | 16,33333 | 4,041452 | 0,05     |
| 9      | 1021     | 1013     | 1011     |          |          |          | 1015     | 28       | 5,291503 | 0,37     |
| 10     | 1040     | 1032     | 1039     |          |          |          | 1037     | 19       | 4,358899 | 0,7      |
| 11     | 1117     | 1054     | 1085     | 1041     | 1140     |          | 1087,4   | 1729,3   | 41,58485 | 1,44     |

x 996  
s<sub>r</sub> 35  
s<sub>R</sub> 77  
RSD<sub>R</sub> 7,73  
r 98  
R 216  
RSD<sub>H</sub> 5,66

Tabel 43b: gehalte magnesium (mg/kg) in gelyofiliseerde drankyoghurt B

| Lab n° | Result 1 | Result 2 | Result 3 | Result 4 | Result 5 | Result 6 | Mean     | Variance | St. Dev. | Z score  |
|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| 1      | 970      | 932      |          |          |          |          | 951      | 722      | 26,87006 | -0,31    |
| 2      | 1000     | 948      | 1000     |          |          |          | 982,6667 | 901,3333 | 30,02221 | 0,11     |
| 3      | 955      | 958      | 959      |          |          |          | 957,3333 | 4,333333 | 2,081666 | -0,22    |
| 4      | 1040     | 1040     | 1030     |          |          |          | 1036,667 | 33,33333 | 5,773503 | 0,82     |
| 5      |          |          |          |          |          |          | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! | #DEEL/0! |
| 6      | 840      | 844      | 833      |          |          |          | 839      | 31       | 5,567764 | -1,79    |
| 7      | 899      | 806      | 853      |          |          |          | 852,6667 | 2162,333 | 46,5009  | -1,61    |
| 8      | 1030     | 1030     | 1002     |          |          |          | 1020,667 | 261,3333 | 16,16581 | 0,61     |
| 9      | 1131     | 992      | 972      |          |          |          | 1031,667 | 7500,333 | 86,60446 | 0,76     |
| 10     | 1019     | 1013     | 1013     |          |          |          | 1015     | 12       | 3,464102 | 0,54     |
| 11     | 987      | 1124     | 1021     | 1089     | 1057     |          | 1055,6   | 2924,8   | 54,08142 | 1,07     |

x 980  
s<sub>r</sub> 40  
s<sub>R</sub> 84  
RSD<sub>R</sub> 8,57  
r 113  
R 236  
RSD<sub>H</sub> 5,66