

DLA
Dienstleistung
Lebensmittel
Analytik GbR

Auswertungs-Bericht
Laborvergleichsuntersuchung

DLA 58/2016

Schwermetalle und Spurenlemente
in tierischem
Nahrungsergänzungsmittel

Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR
Waldemar-Bonsels-Weg 170
22926 Ahrensburg, Germany

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

Koordinator der LVU:
Dr. Matthias Besler

Inhalt / Content

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	5
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	10
3.7 z-Score.....	12
3.8 z'-Score.....	13
3.9 Variationskoeffizient (VK_R).....	13
3.10 Quotient S^*/opt	14
3.11 Standardunsicherheit.....	14
4. Ergebnisse.....	15
4.1 Al - Aluminium in mg/kg.....	18
4.2 As - Arsen / Arsenic in mg/kg.....	20
4.3 Ba - Barium in mg/kg.....	22
4.4 Cd - Cadmium in mg/kg.....	24
4.5 Cr - Chrom / Chromium in mg/kg.....	26
4.6 Co - Kobalt / Cobalt in mg/kg.....	28
4.7 Cu - Kupfer / Copper in mg/kg.....	30
4.8 Fe - Eisen / Iron in mg/kg.....	32
4.9 I - Iod / Iodine in mg/kg.....	34
4.10 Li - Lithium in mg/kg.....	36
4.11 Mn - Mangan / Manganese in mg/kg.....	38
4.12 Mo - Molybdän / Molybdenum in mg/kg.....	40
4.13 Ni - Nickel in mg/kg.....	42
4.14 Pb - Blei / Lead in mg/kg.....	44
4.15 Rb - Rubidium in mg/kg.....	46
4.16 Se - Selen / Selenium in mg/kg.....	48
4.17 Ti - Titan / Titanium in mg/kg.....	50
4.18 V - Vanadium in mg/kg.....	52
4.19 Y - Yttrium in mg/kg.....	54
4.20 Zn - Zink / Zinc in mg/kg.....	56

5. Dokumentation.....	58
5.1 Primärdaten.....	58
5.2 Homogenität.....	78
5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben.....	78
5.2.2 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte.....	79
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	81
5.4 Analytische Methoden.....	85
6. Verzeichnis der Teilnehmer.....	87
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	88

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um ein tierisches Nahrungsergänzungsmittel Grünlippmuschel-Pulver (*Perna Canaliculus*) mit einem Zusatz von Fisch-Pulver (Seelachs, *Pollachius virens*). Die Rohstoffe wurden gesiebt und homogenisiert. Die Zusammensetzung ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 8 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Gehalt
Grünlippmuschel-Pulver Zutaten: Grünlippmuschel (<i>Perna Canaliculus</i>) Nährstoffe pro 100 g: Protein 53 g	57,6 g/100g
Fisch-Pulver Zutaten: Seelachs (<i>Pollachius virens</i>), gekocht, getrocknet, gemahlen Nährstoffe pro 100 g: Protein 87 g, Salz 2,5 g, Fett 5,0 g, Kohlenhydrate 0 g	42,4 g/100g

2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand einer 5 fach Bestimmung von Kupfer mittels ICP-OES (VDLUFA III, 10.8.2). Die Wiederholstandardabweichung liegt mit 6,12 % im Bereich der Wiederholstandardabweichungen vergleichbarer Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2). Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchung sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für 12 von 17 Elementen $< 5,0\%$ und für alle Elemente $< 10\%$. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [16-26]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen (4.1 bis 4.20).

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für die Elemente Al und Pb im Bereich von bis max. 30% der Zielstandardabweichungen σ_{pt} bzw. σ_{pt}' (s. 5.2 Homogenität) und können daher als niedrig betrachtet werden.

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

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jedes teilnehmende Institut wurden in der 17. Woche 2016 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Das Untersuchungsverfahren wurde freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 9. Juni 2016.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben eines Nahrungsergänzungsmittels aus Grünlippmuschelpulver und Fischpulver.

Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.

Hinweis: Bitte geben Sie in der Ergebnisdatei die Aufschlussmethode und insbesondere die verwendete Aufschluss-Lösung an, um eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu ermöglichen. Es ist auch möglich für ein Element Ergebnisse verschiedener Aufschlüsse anzugeben.

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Von den 15 Teilnehmern haben 14 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat die Ergebnisse nach Rücksprache mit DLA verspätet abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert (X_{pt}) der **robuste Mittelwert** der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

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

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

Die statistische Auswertung erfolgt für alle Parameter, für die mindestens 7 Werte vorliegen.

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

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

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

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Dezimalstellen angegeben werden. Die Angabe von 3 Dezimalstellen ist i.d.R. ausreichend.

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, werden als Ausreißer eingestuft [3]. Ermittelte Ausreißer werden informativ genannt sofern gleichzeitig der z-Score des Teilnehmers < -2 oder > 2 ist. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer nicht ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen [3].

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für alle Elemente die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.4.1) verwendet.

Zusätzlich wurde für Al, Ba und I die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6).

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 3 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

In der vorliegenden LVU wurden die Zielstandardabweichungen gemäß 3.6.1 teilweise unter Verwendung des z'-Scores als geeignet angesehen.

Tabelle 3: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [16-26]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Al	Kakaopulver	205	3,25%	5,83%	5,36%	ICP-MS [16]
	Kakaopulver	210	1,91%	8,71%	8,61% ¹	ICP-OES [17]
As	Fischhomogenat	1,6	4,6%	8,8%	8,18%	ICP-MS [18]
	Muscheln	9,3	4,5%	13%	12,6% ¹	ICP-MS [18]
Pb	Fischhomogenat	2,1	5,0%	8%	7,18%	ICP-MS [18]
	Muscheln	2,5	13%	16%	13,1% ¹	ICP-MS [18]
Cd	Fischhomogenat	0,87	7,3%	11%	9,71%	ICP-MS [18]
	Muscheln	1,7	3,9%	9,5%	9,09% ¹	ICP-MS [18]
Cr	Säuglingsnahrung	0,17	7,3%	19%	18,3% ¹	GF-AAS [20]
	Reispulver	0,11	19,2%	35%	32,3%	GF-AAS [20]
Cu	Hummer	16,40	5,72%	6,82%	5,49% ¹	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	4,51	4,30%	11,06%	10,6%	ICP-OES [22]
Fe	Hummer	12,1	6,45%	8,59%	7,28% ¹	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	77	2,75%	6,98%	6,70%	ICP-OES [22]
I	Kabeljaumuskel	4,15	0,7%	8,9%	8,89% ¹	ICP-MS (16)
	Sojanahrung	1,26	3,7%	6,7%	6,17%	ICP-MS (16)
Mn	Hummer	1,20	4,74%	7,95%	7,21% ¹	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	2,19	4,67%	13,7%	13,3%	ICP-OES [22]
Mo	Säuglingsnahrung	0,50	6,6%	21%	20,5% ¹	GF-AAS [20]
	Reispulver	0,56	8,7%	20%	19,0%	GF-AAS [20]
Se	Katfisch	1,797	9,85%	10,1%	7,31% ¹	AAS [21]
	Reis	0,374	2,41%	11,8%	11,7%	AAS [21]
Zn	Hummer	13,9	4,63%	7,90%	7,19% ¹	ICP-OES (22)
	Kindernährmittel Soja	43,5	2,60%	6,89%	6,64%	ICP-OES (22)

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

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.8). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses (x_i) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung (σ_{pt}) und Standardunsicherheit ($U(x_{pt})$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

Der Variationskoeffizient (VK_R) der Vergleichspräzision (= relative Vergleichsstandardabweichung) errechnet sich aus der Vergleichsstandardabweichung S_R und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{\bar{x}}$$

Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt der VK_R die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger VK_R von z.B. < 5-10% als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein VK_R von mehr als 50% auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse“ hin, sodass die Eignung für bestimmte Anwendungszwecke wie die Beurteilung von Höchstwertüberschreitungen oder die Leistungsbeurteilung der teilnehmenden Laboratorien ggf. nicht mehr gegeben sein kann [3].

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit

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

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

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

Der Quotient $U_{(x_{pt})}/\sigma_{pt}$ ist in den Kenndaten angegeben.

4. Ergebnisse

Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Elemente mit Ausnahme von Barium annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.3). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind.

Im Fall von Barium ist eine Verteilung der Ergebnisse mit zwei Gipfeln erkennbar. Die Angaben der Teilnehmer zu den Methoden geben jedoch keine offensichtlichen Hinweise auf eine derartige Gruppierung der Ergebnisse. Daher wurde die statistische Auswertung aller Ergebnisse für Barium unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score durchgeführt.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für Rb, Ti und Y lagen < 7 Ergebnisse vor, sodass keine statistische Auswertung vorgenommen werden konnte.

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle anderen Elemente nach dem Modell nach Horwitz berechnet.

Für die Elemente Al, Ba und Iod zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine erhöhte Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen deutlich über 2,0. Die drei Elemente wurden unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt}' lagen dann im Bereich von 2,0 (s. Tab. 4).

Für die anderen Elemente zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale bis geringe Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle unter 2,0, teilweise unter 1,0 (s. Tab. 4).

Die robusten Standardabweichungen sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Der Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$ liegt für As, Cd, Co, Cu, Mn, Mo und Pb mit < 0,3 niedrig. Für Cr, Fe, Ni, Li und Zn im Bereich von 0,33 bis 0,42 sowie für Se und V bei 0,58 bzw. 0,56 ist der Quotient (leicht) erhöht.

Es liegen 67% bis 100% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

Tabelle 4: Ausgewählte Kenndaten der aktuellen LVU
(SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert [mg/kg]	rob. SD (S*) [mg/kg]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Al	Muschel-Fisch	444	143	32,2%	2,2 ¹	DLA 58/2016
As	Muschel-Fisch	6,52	0,735	11,3%	0,93	DLA 58/2016
Ba	Muschel-Fisch	2,35	0,832	35,5%	1,8 ¹	DLA 58/2016
Cd	Muschel-Fisch	1,03	0,0616	5,97%	0,37	DLA 58/2016
Cr	Muschel-Fisch	1,23	0,266	21,6%	1,4	DLA 58/2016
Co	Muschel-Fisch	0,586	0,0347	5,91%	0,34	DLA 58/2016
Cu	Muschel-Fisch	5,75	0,439	7,63%	0,62	DLA 58/2016
Fe	Muschel-Fisch	305	22,1	7,24%	1,1	DLA 58/2016
I	Muschel-Fisch	9,81	3,41	34,8%	1,9 ¹	DLA 58/2016
Li	Muschel-Fisch	1,51	0,204	13,6%	0,90	DLA 58/2016
Mn	Muschel-Fisch	8,79	0,696	7,93%	0,69	DLA 58/2016
Mo	Muschel-Fisch	0,536	0,0400	7,45%	0,42	DLA 58/2016
Ni	Muschel-Fisch	1,40	0,232	16,6%	1,1	DLA 58/2016
Pb	Muschel-Fisch	0,311	0,0525	16,9%	0,89	DLA 58/2016
Rb	Muschel-Fisch	**	-	-	-	DLA 58/2016
Se	Muschel-Fisch	1,86	0,481	25,8%	1,8	DLA 58/2016
Ti	Muschel-Fisch	**	-	-	-	DLA 58/2016
V	Muschel-Fisch	1,40	0,318	22,7%	1,5	DLA 58/2016
Y	Muschel-Fisch	**	-	-	-	DLA 58/2016
Zn	Muschel-Fisch	51,0	5,17	10,2%	1,1	DLA 58/2016

¹ mit Zielstandardabweichung σ_{pt}'

** keine statistische Auswertung (< 7 Ergebnisse)

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

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

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

In der unteren Tabelle sind die Einzelergebnisse der teilnehmenden Labore aufgeführt:

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

4.1 Al - Aluminium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	441
Median	456
Robuster Mittelwert (X_{pt})	444
Robuste Standardabweichung (S^*)	143
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	14,1
Variationskoeffizient (VK_r)	3,09%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	134
Variationskoeffizient (VK_R)	29,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	65,9
Zielstandardabweichung (zur Information)	38,2
Untere Grenze des Zielbereichs	313
Obere Grenze des Zielbereichs	576
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	59,5
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,90
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

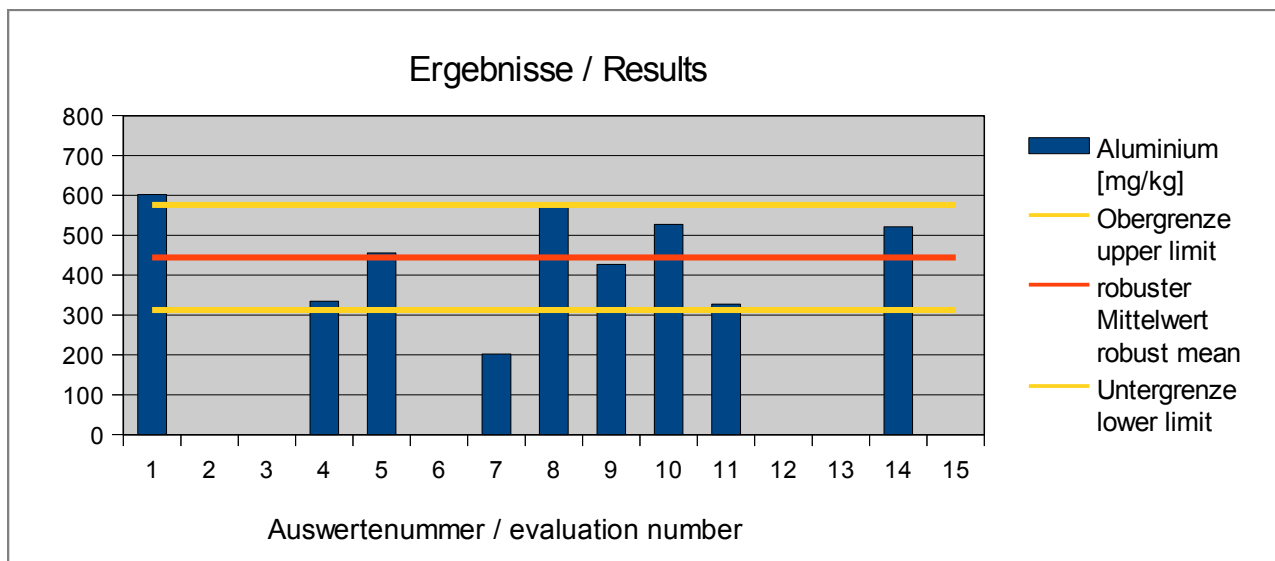


Abb. 1: Ergebnisse Aluminium / **Fig. 1:** Results Aluminium

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

Auswertenummer	Aluminium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	602	157,54	2,4	4,1	
2					
3					
4	334,7	-109,76	-1,7	-2,9	
5	455,95	11,49	0,2	0,3	
6					
7	202	-242,46	-3,7	-6,3	
8	575,2	130,74	2,0	3,4	
9	427	-17,46	-0,3	-0,5	
10	527	82,54	1,3	2,2	
11	326,95	-117,51	-1,8	-3,1	
12					
13					
14	521	76,54	1,2	2,0	
15					

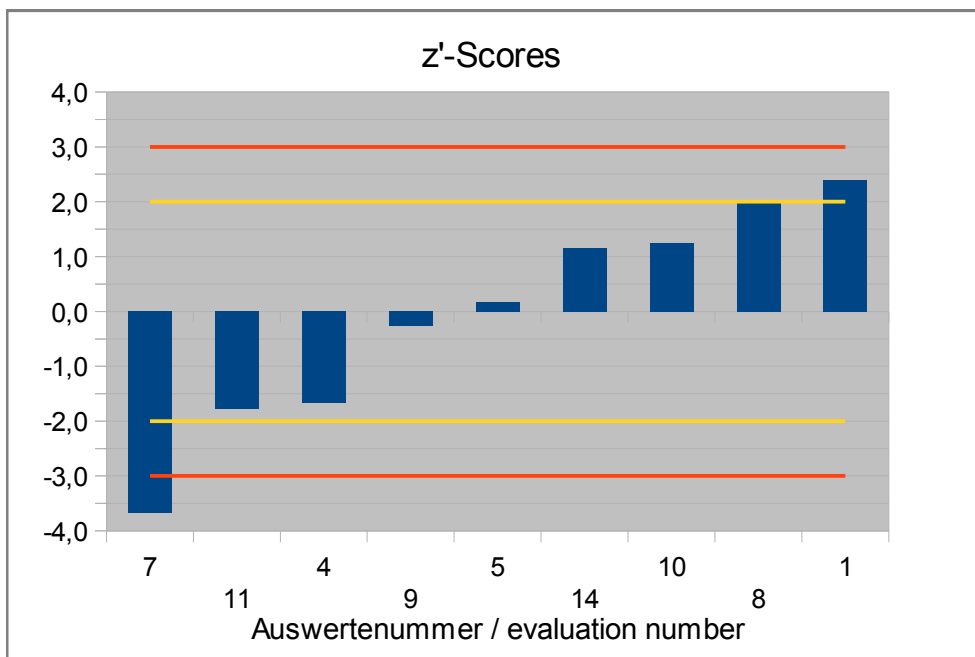


Abb. 2: z'-Scores Aluminium
Fig. 2: z'-Scores Aluminium

4.2 As - Arsen / Arsenic in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	5,92
Median	6,64
Robuster Mittelwert (X_{pt})	6,52
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,735
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,305
Variationskoeffizient (VK_r)	4,71%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,764
Variationskoeffizient (VK_R)	11,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,786
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,821
Untere Grenze des Zielbereichs	4,94
Obere Grenze des Zielbereichs	8,09
Quotient S^*/σ_{pt}	0,93
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,223
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,28
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	82%

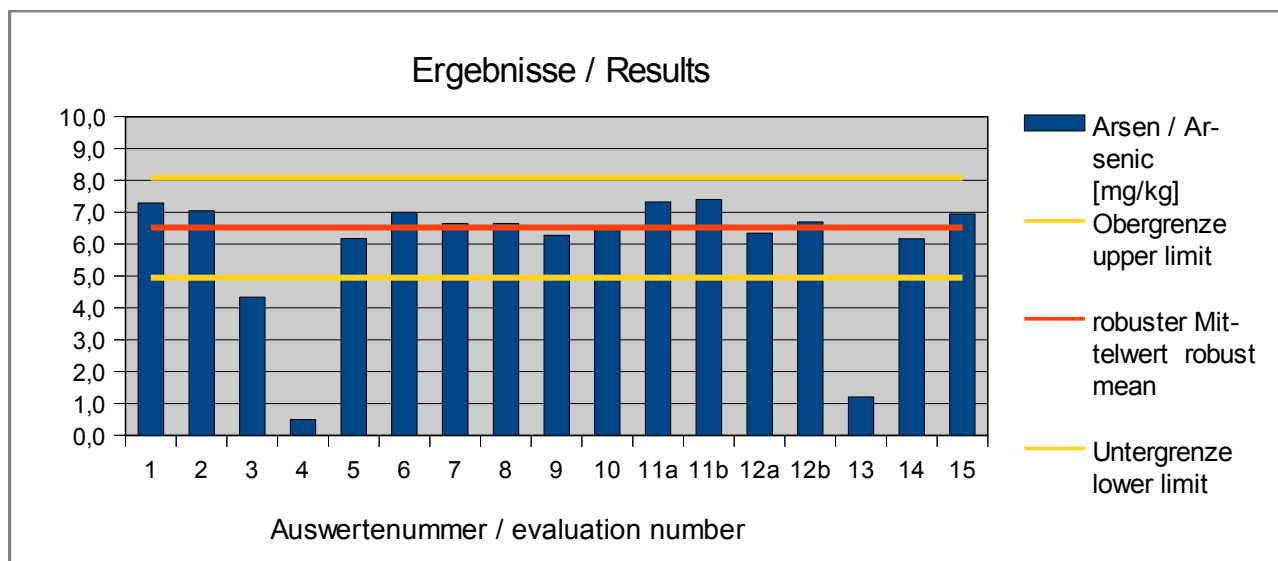


Abb. 3: Ergebnisse Arsen / Fig. 3: Results Arsenic

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

Auswertenummer Evaluation number	Arsen / Arsenic [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	7,29	0,77	1,0	0,9	
2	7,05	0,53	0,7	0,6	
3	4,34	-2,18	-2,8	-2,7	
4	0,496	-6,02	-7,7	-7,3	Ausreisser / Outlier
5	6,1765	-0,34	-0,4	-0,4	
6	7,0	0,48	0,6	0,6	
7	6,65	0,13	0,2	0,2	
8	6,644	0,13	0,2	0,2	
9	6,28	-0,24	-0,3	-0,3	
10	6,55	0,03	0,0	0,0	
11a	7,325	0,81	1,0	1,0	
11b	7,3985	0,88	1,1	1,1	
12a	6,35	-0,17	-0,2	-0,2	
12b	6,7	0,18	0,2	0,2	
13	1,21	-5,31	-6,7	-6,5	Ausreisser / Outlier
14	6,17	-0,35	-0,4	-0,4	
15	6,946	0,43	0,5	0,5	

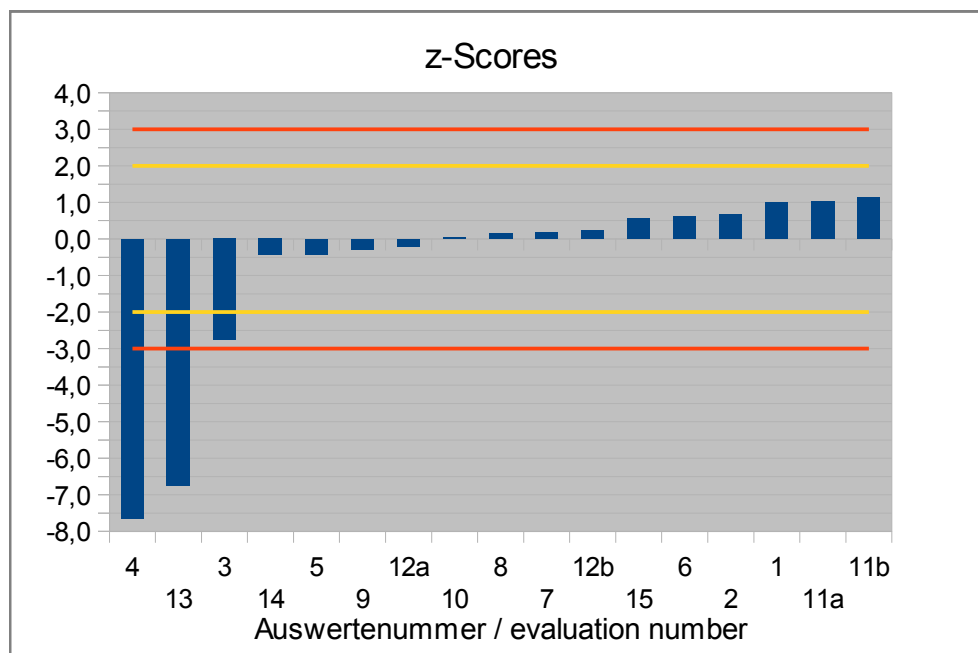


Abb. 4: Z-Scores Arsen
Fig. 4: Z-Scores Arsenic

4.3 Ba - Barium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,35
Median	2,13
Robuster Mittelwert (x_{pt})	2,35
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,832
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,215
Variationskoeffizient (VK_r)	8,65%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,760
Variationskoeffizient (VK_R)	30,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,466
Untere Grenze des Zielbereichs	1,41
Obere Grenze des Zielbereichs	3,28
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,8
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,329
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,71
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	80%

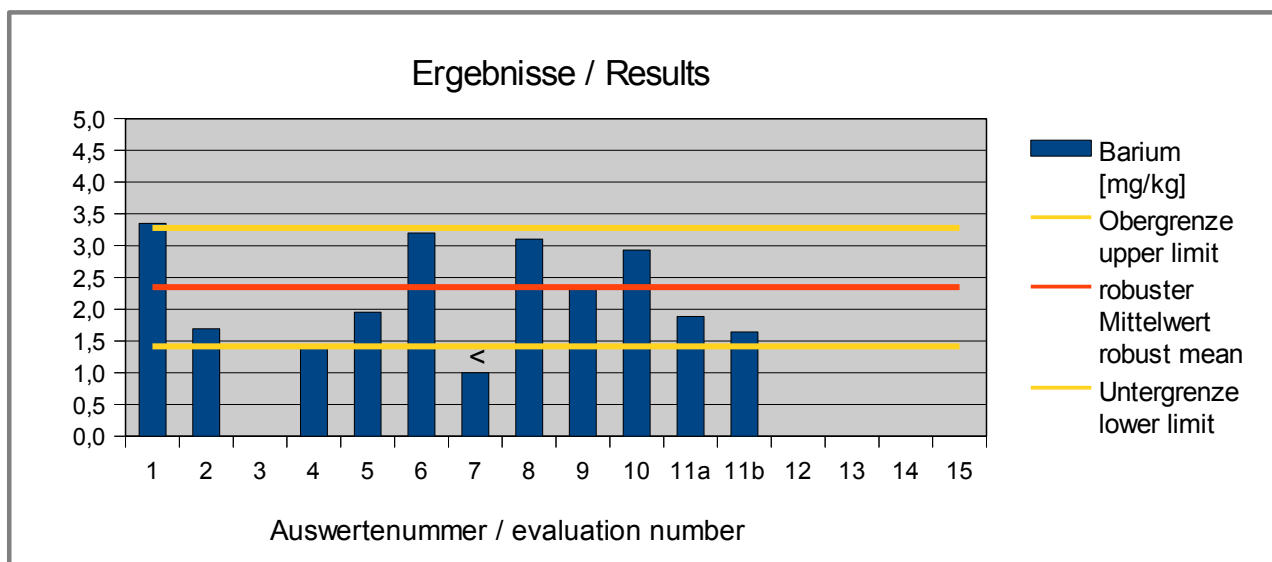


Abb. 5: Ergebnisse Barium / Fig. 5: Results Barium

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

Auswertenummer Evaluation number	Barium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	3,35	1,00	2,2	
2	1,69	-0,66	-1,4	
3				
4	1,396	-0,95	-2,0	
5	1,951	-0,39	-0,8	
6	3,2	0,85	1,8	
7	< 1			
8	3,102	0,76	1,6	
9	2,31	-0,04	-0,1	
10	2,93	0,58	1,3	
11a	1,885	-0,46	-1,0	
11b	1,641	-0,70	-1,5	
12				
13				
14				
15				

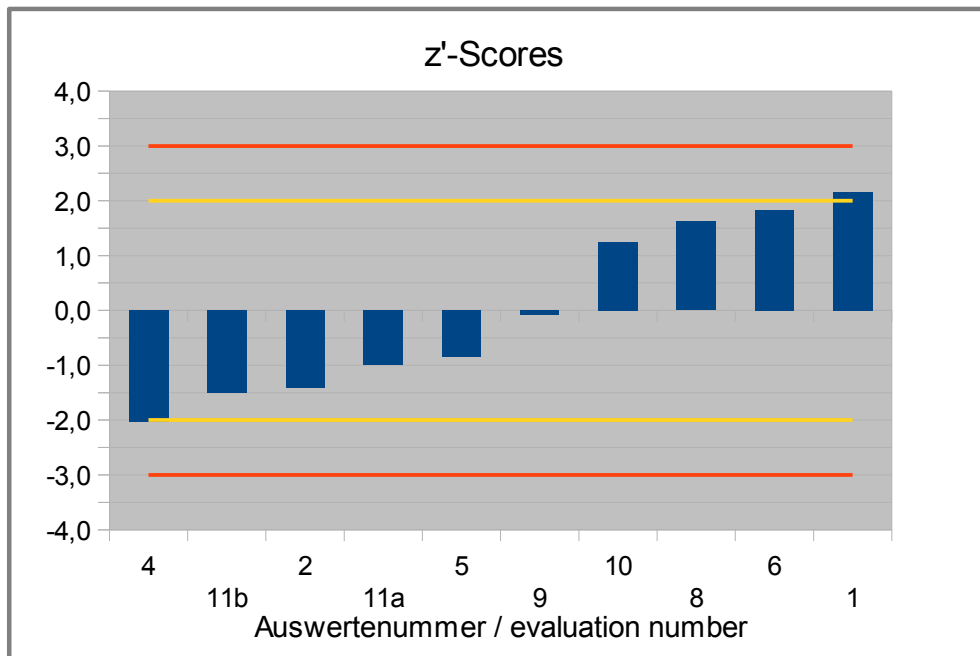


Abb. 6: z'-Scores Barium

Fig. 6: z'-Scores Barium

4.4 Cd - Cadmium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,03
Median	1,03
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1,03
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0616
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0268
Variationskoeffizient (VK_r)	2,63%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,052
Variationskoeffizient (VK_R)	5,13%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,164
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,094
Untere Grenze des Zielbereichs	0,704
Obere Grenze des Zielbereichs	1,36
Quotient S^*/σ_{pt}	0,37
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0199
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,12
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	100%

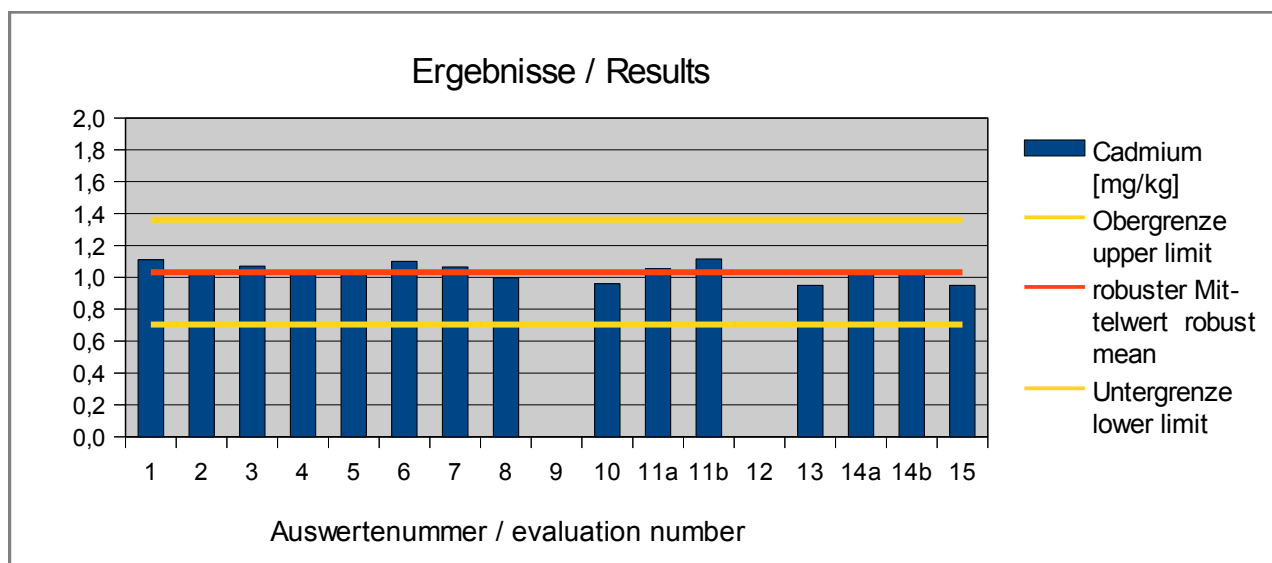


Abb. 7: Ergebnisse Cadmium / Fig. 7: Results Cadmium

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

Auswertenummer Evaluation number	Cadmium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,11	0,077	0,5	0,8	
2	1,02	-0,013	-0,1	-0,1	
3	1,07	0,037	0,2	0,4	
4	1,02	-0,013	-0,1	-0,1	
5	1,018	-0,015	-0,1	-0,2	
6	1,1	0,067	0,4	0,7	
7	1,065	0,032	0,2	0,3	
8	0,9968	-0,036	-0,2	-0,4	
9					
10	0,96	-0,073	-0,4	-0,8	
11a	1,054	0,021	0,1	0,2	
11b	1,116	0,083	0,5	0,9	
12					
13	0,95	-0,083	-0,5	-0,9	
14a	1,03	-0,003	0,0	0,0	
14b	1,03	-0,003	0,0	0,0	
15	0,949	-0,084	-0,5	-0,9	

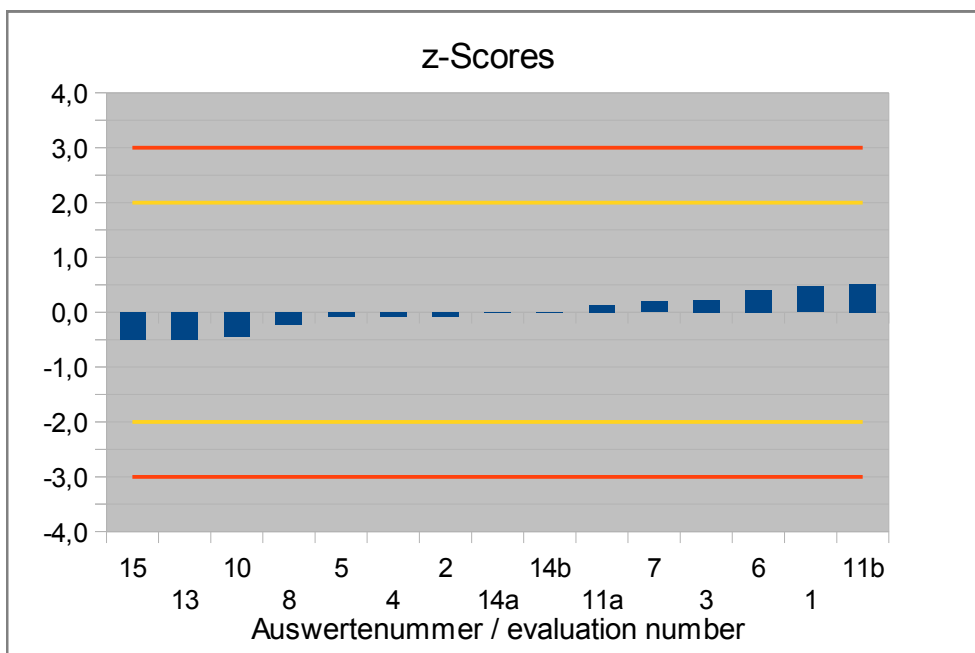


Abb. 8: Z-Scores Cadmium

Fig. 8: Z-Scores Cadmium

4.5 Cr - Chrom / Chromium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,22
Median	1,23
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,23
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,266
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0432
Variationskoeffizient (VK_r)	3,51%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,323
Variationskoeffizient (VK_R)	26,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,191
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,225
Untere Grenze des Zielbereichs	0,849
Obere Grenze des Zielbereichs	1,61
Quotient S^*/σ_{pt}	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0806
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,42
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	76%

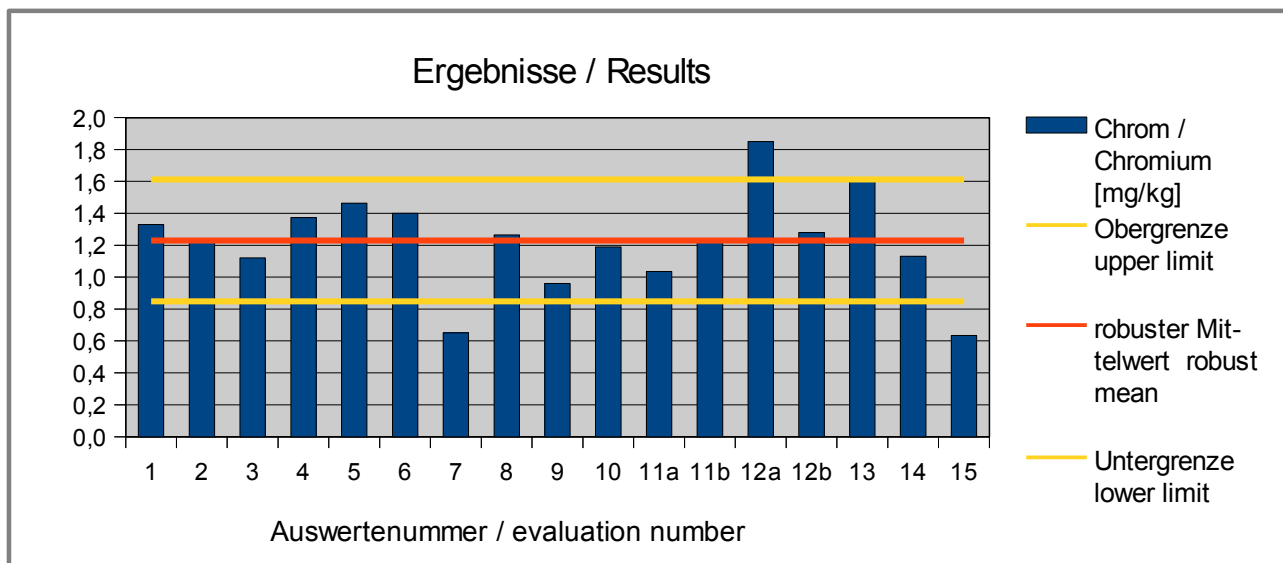


Abb. 9: Ergebnisse Chrom / Fig. 9: Results Chromium

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

Auswertenummer Evaluation number	Chrom / Chromium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,33	0,100	0,5	0,4	
2	1,22	-0,010	-0,1	0,0	
3	1,12	-0,110	-0,6	-0,5	
4	1,374	0,144	0,8	0,6	
5	1,4635	0,233	1,2	1,0	
6	1,4	0,170	0,9	0,8	
7	0,651	-0,579	-3,0	-2,6	
8	1,265	0,035	0,2	0,2	
9	0,96	-0,270	-1,4	-1,2	
10	1,19	-0,040	-0,2	-0,2	
11a	1,0365	-0,194	-1,0	-0,9	
11b	1,231	0,001	0,0	0,0	
12a	1,85	0,620	3,2	2,8	
12b	1,28	0,050	0,3	0,2	
13	1,62	0,390	2,0	1,7	
14	1,13	-0,100	-0,5	-0,4	
15	0,634	-0,60	-3,1	-2,7	

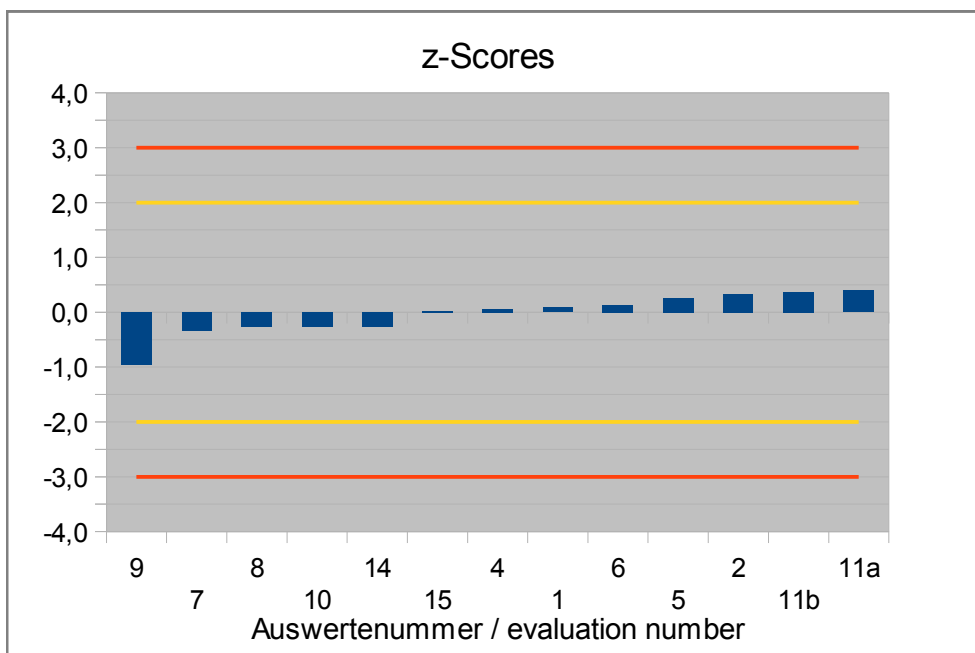


Abb. 10: Z-Scores Chrom
Fig. 10: Z-Scores Chromium

4.6 Co - Kobalt / Cobalt in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,583
Median	0,592
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,586
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0347
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0104
Variationskoeffizient (VK_r)	1,81%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0379
Variationskoeffizient (VK_R)	6,60%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,102
Untere Grenze des Zielbereichs	0,383
Obere Grenze des Zielbereichs	0,790
Quotient S^*/σ_{pt}	0,34
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0120
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,12
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	100%

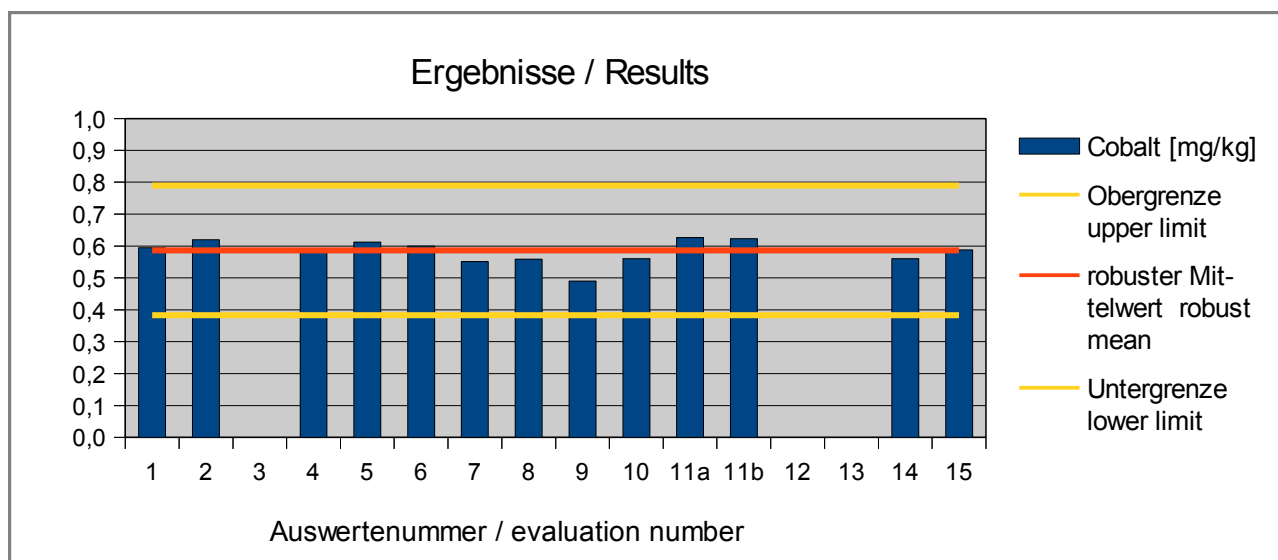


Abb. 11: Ergebnisse Kobalt / Fig. 11: Results Cobalt

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

Auswertenummer Evaluation number	Cobalt [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	0,595	0,009	0,1	
2	0,62	0,034	0,3	
3				
4	0,592	0,006	0,1	
5	0,6125	0,026	0,3	
6	0,6	0,014	0,1	
7	0,551	-0,035	-0,3	
8	0,5589	-0,027	-0,3	
9	0,49	-0,096	-0,9	
10	0,56	-0,026	-0,3	
11a	0,6265	0,040	0,4	
11b	0,6235	0,037	0,4	
12				
13				
14	0,56	-0,026	-0,3	
15	0,588	0,002	0,0	

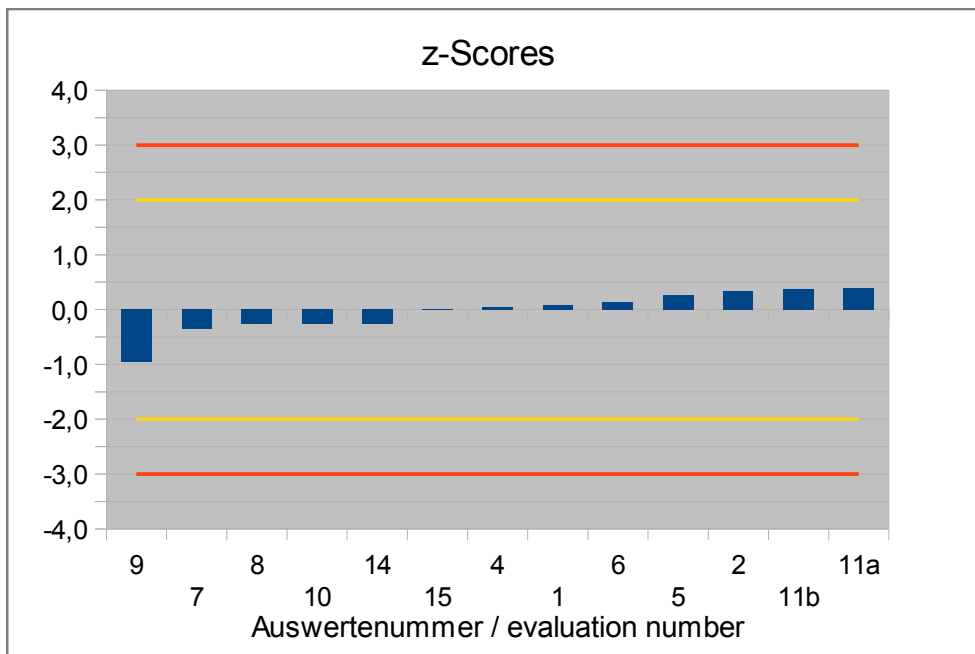


Abb. 12: Z-Scores Kobalt
Fig. 12: Z-Scores Cobalt

4.7 Cu - Kupfer / Copper in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	5,77
Median	5,76
Robuster Mittelwert (X_{pt})	5,75
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,439
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_x)	0,438
Variationskoeffizient (VK_x)	7,68%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,665
Variationskoeffizient (VK_R)	11,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,707
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,316
Untere Grenze des Zielbereichs	4,34
Obere Grenze des Zielbereichs	7,17
Quotient S^*/σ_{pt}	0,62
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	0,137
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$	0,19
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	100%

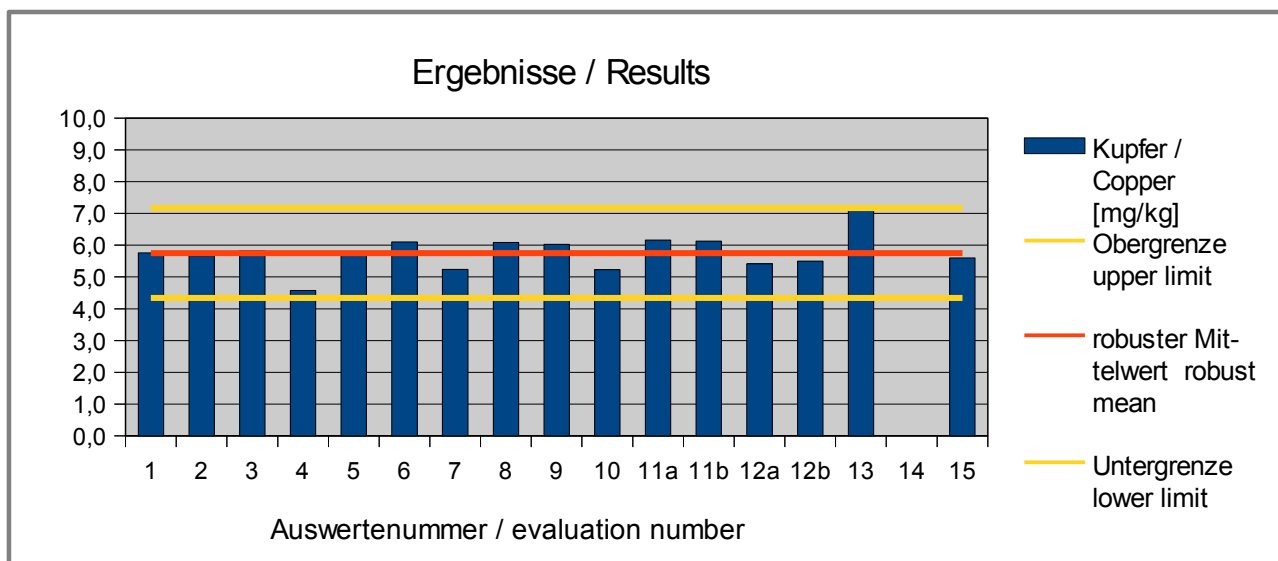


Abb. 13: Ergebnisse Kupfer / Fig. 13: Results Copper

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

Auswertenummer Evaluation number	Kupfer / Copper [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	5,76	0,009	0,0	0,0	
2	5,67	-0,081	-0,1	-0,3	
3	5,83	0,079	0,1	0,3	
4	4,578	-1,173	-1,7	-3,7	
5	5,7565	0,006	0,0	0,0	
6	6,1	0,349	0,5	1,1	
7	5,24	-0,511	-0,7	-1,6	
8	6,09	0,339	0,5	1,1	
9	6,03	0,279	0,4	0,9	
10	5,23	-0,521	-0,7	-1,6	
11a	6,165	0,414	0,6	1,3	
11b	6,1325	0,382	0,5	1,2	
12a	5,41	-0,341	-0,5	-1,1	
12b	5,5	-0,251	-0,4	-0,8	
13	7,2	1,449	2,0	4,6	
14					
15	5,597	-0,15	-0,2	-0,5	

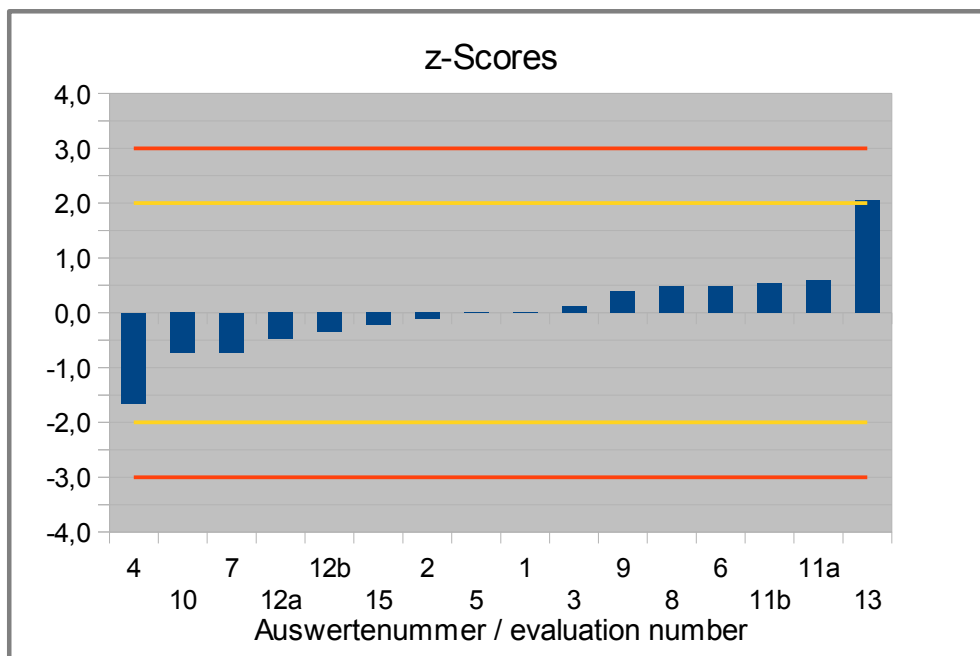


Abb. 14: Z-Scores Kupfer

Fig. 14: Z-Scores Copper

4.8 Fe - Eisen / Iron in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	300
Median	310
Robuster Mittelwert (x_{pt})	305
Robuste Standardabweichung (S^*)	22,1
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	8,27
Variationskoeffizient (VK_r)	2,71%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	27,9
Variationskoeffizient (VK_R)	9,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	20,6
Zielstandardabweichung (zur Information)	22,2
Untere Grenze des Zielbereichs	264
Obere Grenze des Zielbereichs	346
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	6,91
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,33
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	75%

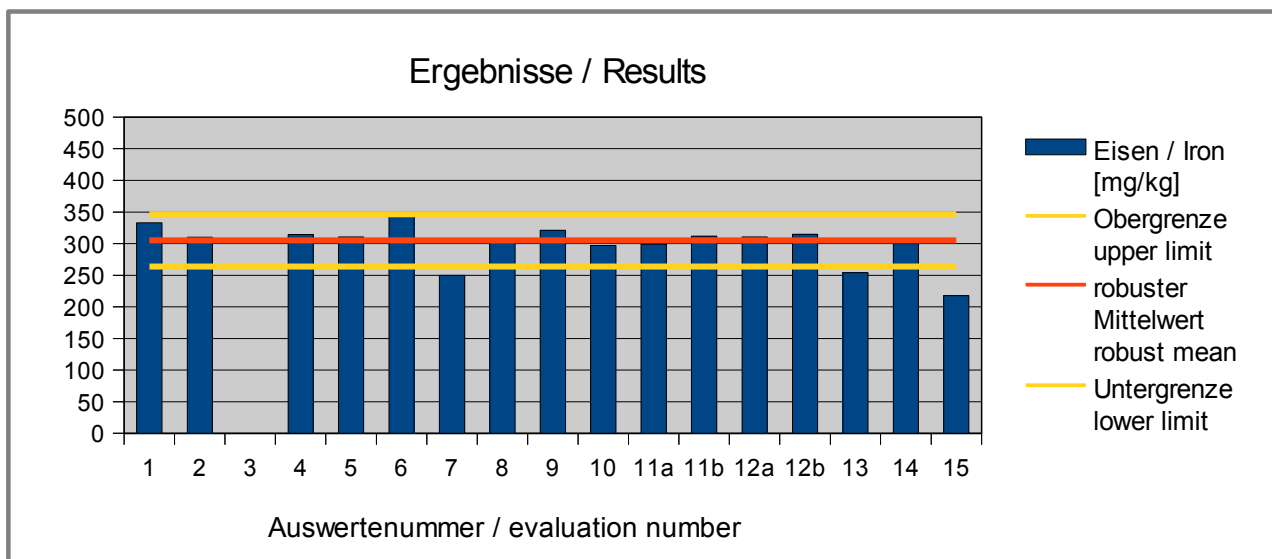


Abb. 14: Ergebnisse Eisen / Fig. 14: Results Iron

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Eisen / Iron [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	333	27,839	1,3	1,3	
2	310	4,839	0,2	0,2	
3					
4	314,325	9,164	0,4	0,4	
5	310,65	5,489	0,3	0,2	
6	348	42,839	2,1	1,9	
7	250	-55,161	-2,7	-2,5	
8	304,5	-0,661	0,0	0,0	
9	321	15,839	0,8	0,7	
10	297	-8,161	-0,4	-0,4	
11a	299,4	-5,761	-0,3	-0,3	
11b	311,65	6,489	0,3	0,3	
12a	310,6	5,439	0,3	0,2	
12b	314,62	9,459	0,5	0,4	
13	254	-51,161	-2,5	-2,3	
14	300	-5,161	-0,3	-0,2	
15	217,97	-87,19	-4,2	-3,9	Ausreisser / Outlier

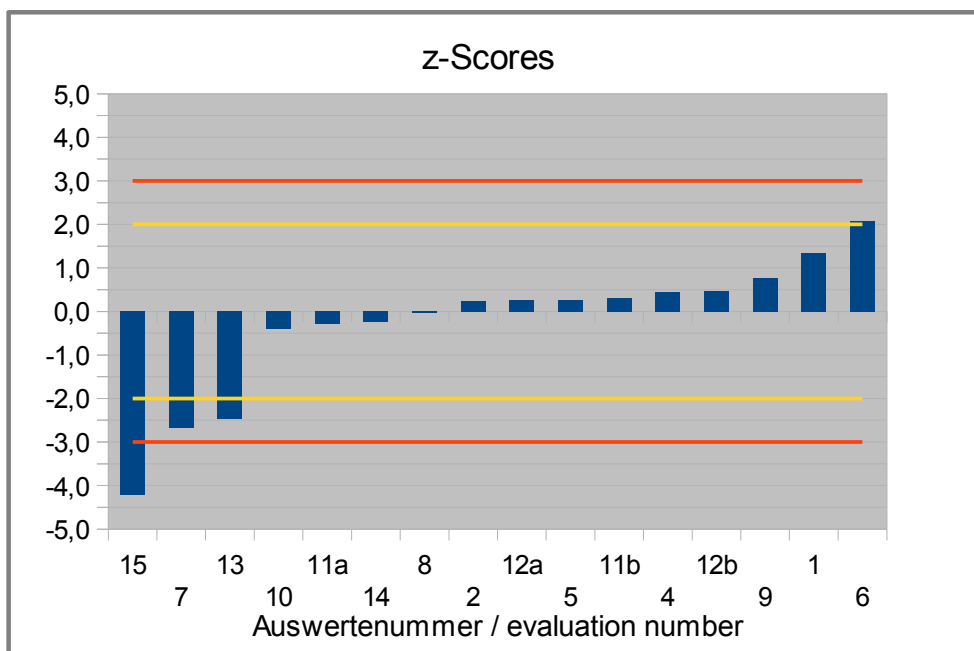


Abb. 15: Z-Scores Eisen

Fig. 15: Z-Scores Iron

4.9 I - Iod / Iodine in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	9,22
Median	10,5
Robuster Mittelwert (X_{pt})	9,81
Robuste Standardabweichung (S^*)	3,41
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_x)	0,322
Variationskoeffizient (VK_x)	3,56%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	4,34
Variationskoeffizient (VK_R)	48,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,81
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,87
Untere Grenze des Zielbereichs	6,20
Obere Grenze des Zielbereichs	13,4
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	1,42
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,79
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	67%

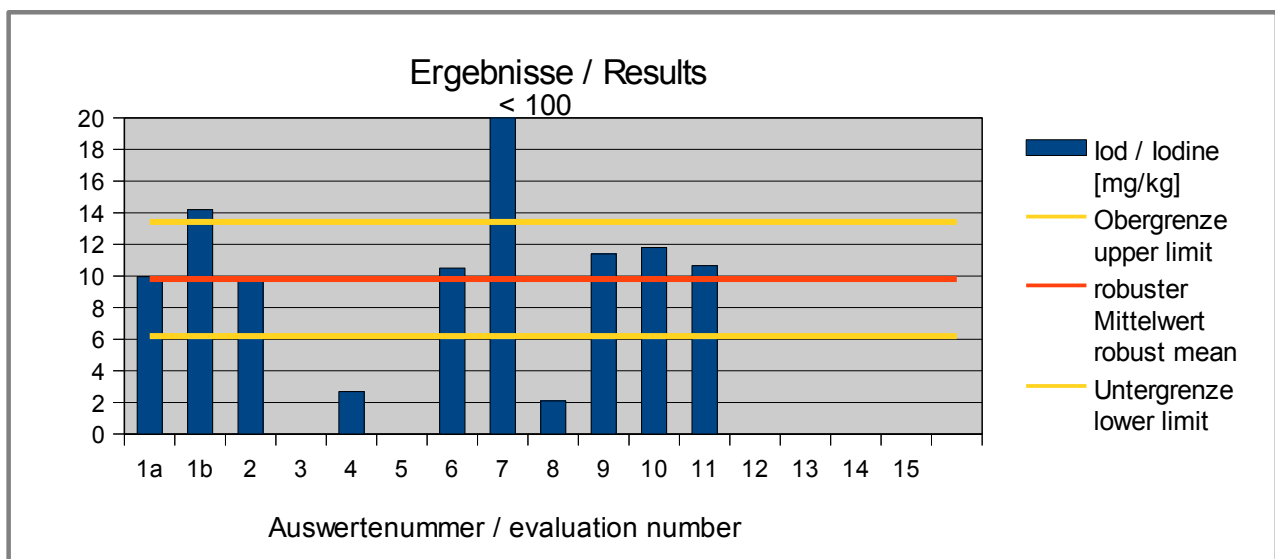


Abb. 16: Ergebnisse Iod / Fig. 16: Results Iodine

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

Auswertenummer	Iod / Iodine [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1a	9,96	0,151	0,1	0,2	
1b	14,2	4,391	2,4	5,0	
2	9,7	-0,109	-0,1	-0,1	
3					
4	2,697	-7,112	-3,9	-8,2	
5					
6	10,5	0,691	0,4	0,8	
7	< 100				
8	2,1	-7,709	-4,3	-8,8	
9	11,4	1,591	0,9	1,8	
10	11,8	1,991	1,1	2,3	
11	10,647	0,838	0,5	1,0	
12					
13					
14					
15					

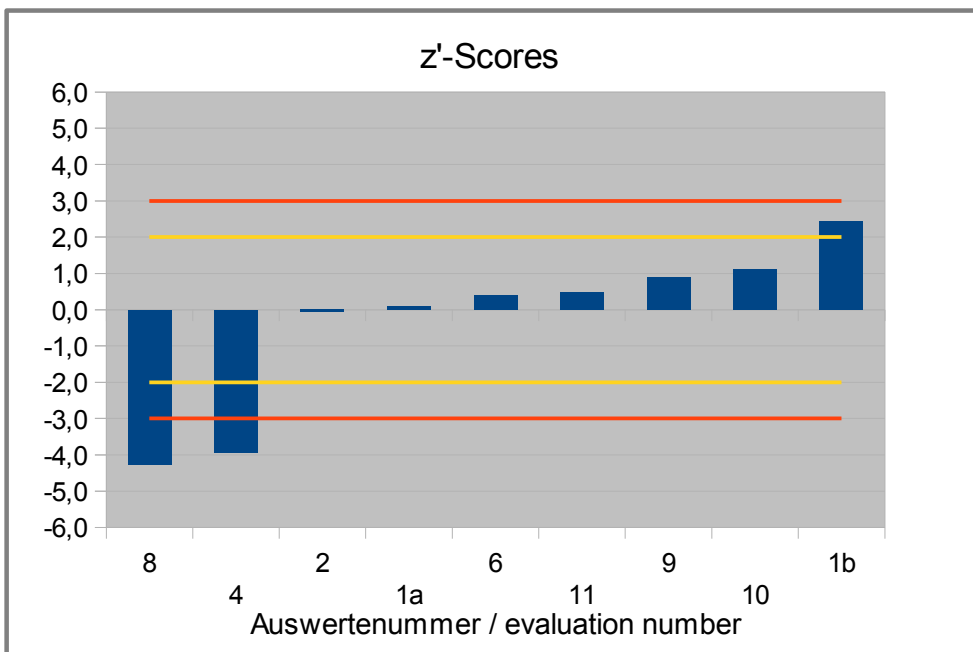


Abb. 17: z'-Scores Iod

Fig. 17: z'-Scores Iodine

4.10 Li - Lithium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	2,68
Median	1,45
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,51
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,204
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,134
Variationskoeffizient (VK_r)	9,37%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,136
Variationskoeffizient (VK_R)	9,49%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,227
Untere Grenze des Zielbereichs	1,06
Obere Grenze des Zielbereichs	1,96
Quotient S^*/σ_{pt}	0,90
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,085
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,38
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

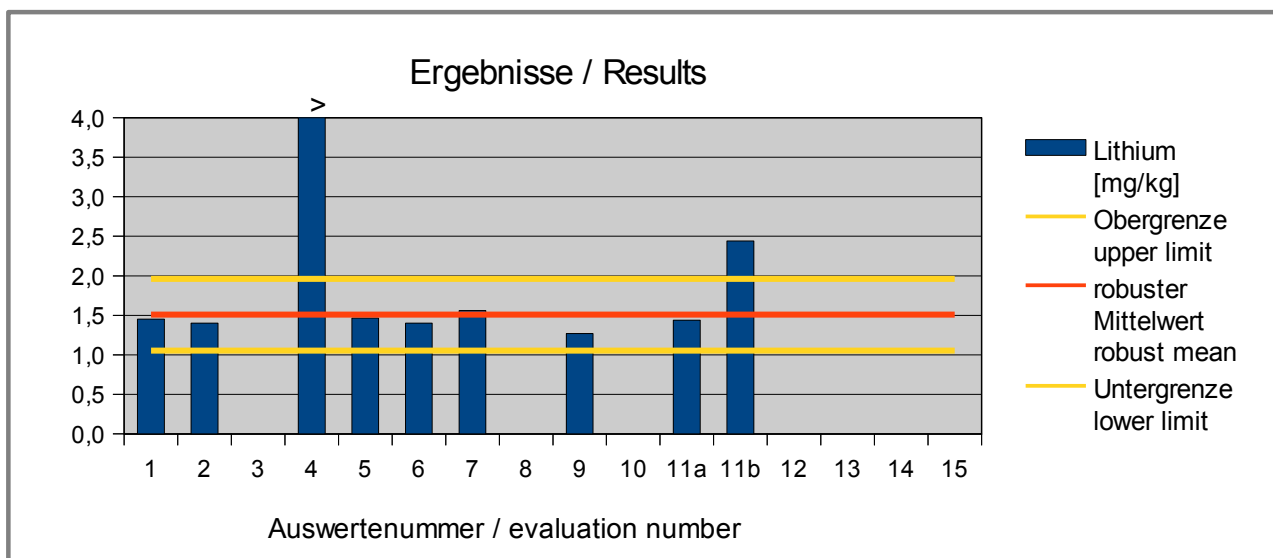


Abb. 18: Ergebnisse Lithium / Fig. 18: Results Lithium

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

Auswertenummer	Lithium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	Remark
1	1,45	-0,059	-0,3	
2	1,4	-0,109	-0,5	
3				
4	11,72	10,211	45,0	Ausreisser / Outlier
5	1,466	-0,043	-0,2	
6	1,4	-0,109	-0,5	
7	1,56	0,051	0,2	
8				
9	1,27	-0,239	-1,1	
10				
11a	1,4395	-0,069	-0,3	
11b	2,442	0,933	4,1	Ausreisser / Outlier
12				
13				
14				
15				
16				

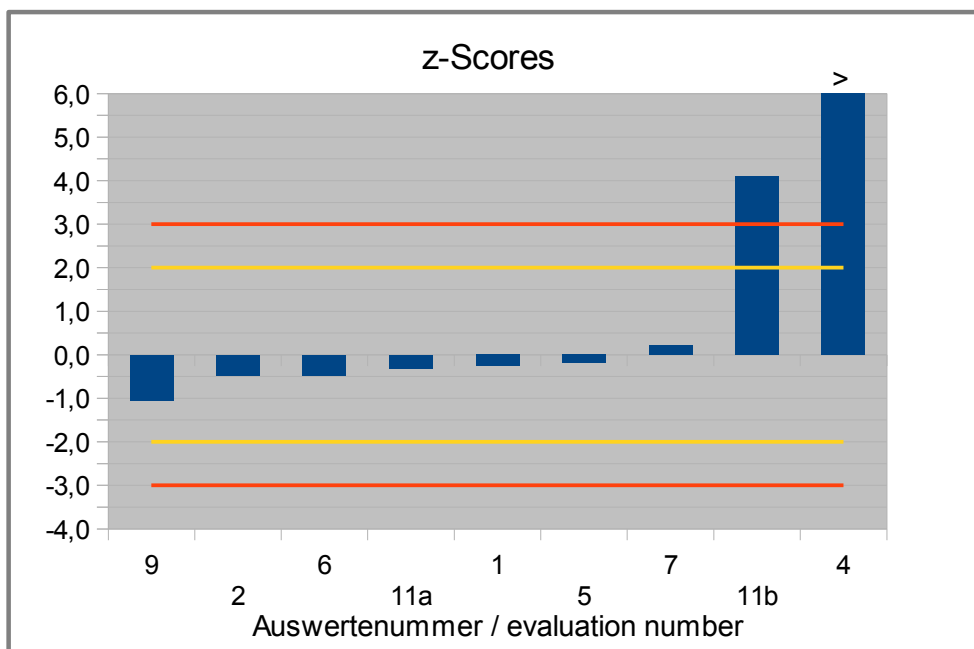


Abb. 19: Z-Scores Lithium

Fig. 19: Z-Scores Lithium

4.11 Mn - Mangan / Manganese in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	8,75
Median	8,73
Robuster Mittelwert (x_{pt})	8,79
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,696
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,308
Variationskoeffizient (VK_r)	3,53%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,838
Variationskoeffizient (VK_R)	9,59%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	1,01
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,633
Untere Grenze des Zielbereichs	6,76
Obere Grenze des Zielbereichs	10,8
Quotient S^*/σ_{pt}	0,69
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,211
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,21
Ergebnisse im Zielbereich	17
Prozent im Zielbereich	100%

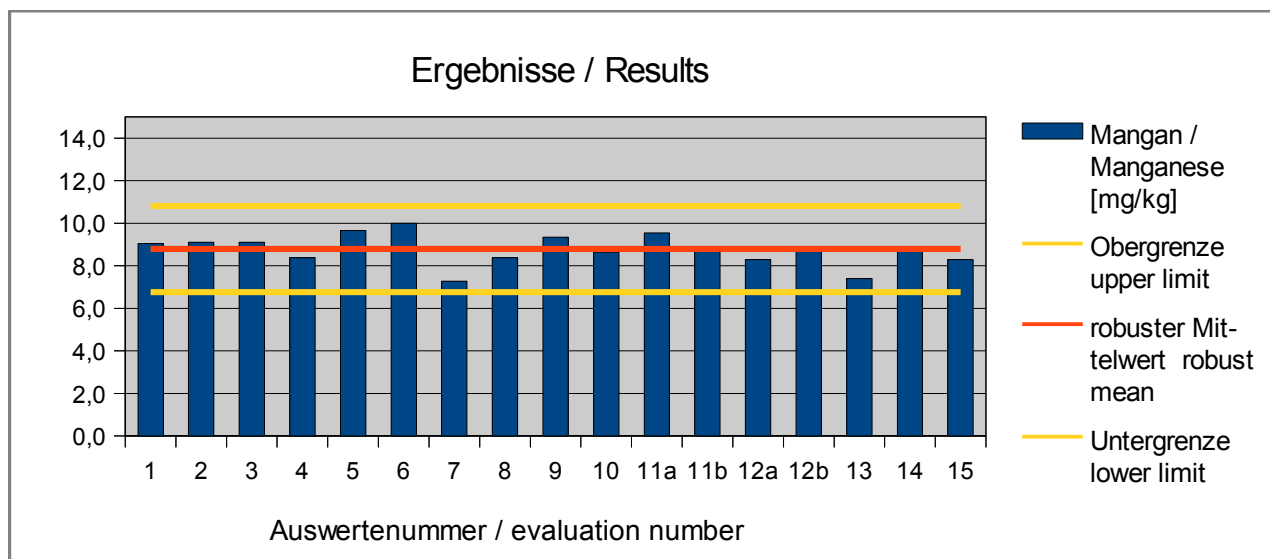


Abb. 20: Ergebnisse Mangan / Fig. 20: Results Manganese

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

Auswertenummer Evaluation number	Mangan / Manganese [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	9,04	0,254	0,3	0,4	
2	9,1	0,314	0,3	0,5	
3	9,1	0,314	0,3	0,5	
4	8,3755	-0,410	-0,4	-0,6	
5	9,66	0,874	0,9	1,4	
6	10	1,214	1,2	1,9	
7	7,275	-1,511	-1,5	-2,4	
8	8,381	-0,405	-0,4	-0,6	
9	9,34	0,554	0,5	0,9	
10	8,64	-0,146	-0,1	-0,2	
11a	9,54	0,754	0,7	1,2	
11b	8,7025	-0,083	-0,1	-0,1	
12a	8,29	-0,496	-0,5	-0,8	
12b	8,86	0,074	0,1	0,1	
13	7,4	-1,386	-1,4	-2,2	
14	8,73	-0,056	-0,1	-0,1	
15	8,287	-0,50	-0,5	-0,8	

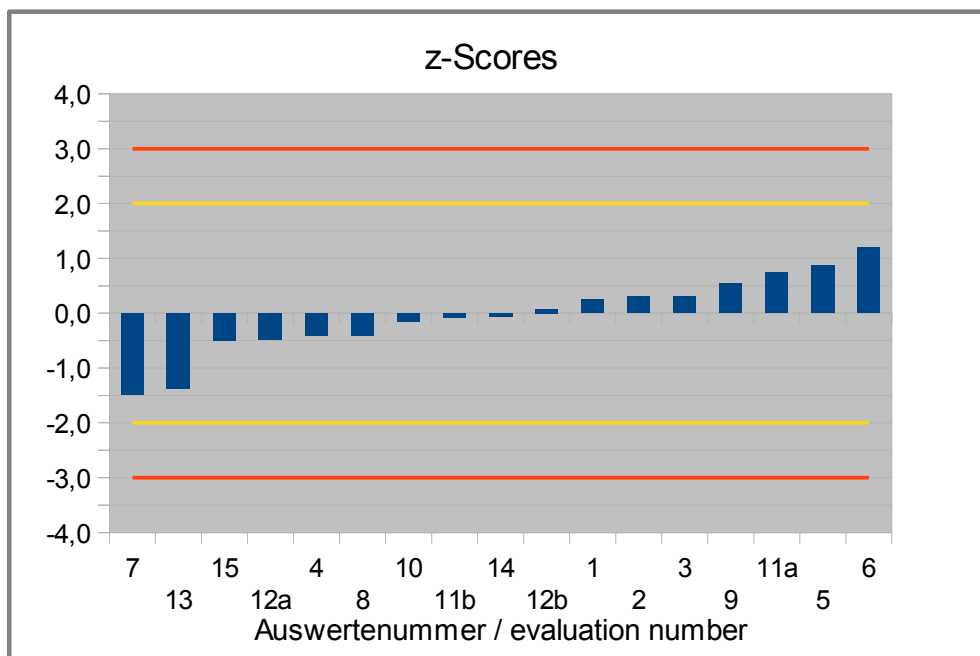


Abb. 21: Z-Scores Mangan
Fig. 21: Z-Scores Manganese

4.12 Mo - Molybdän / Molybdenum in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,565
Median	0,540
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,536
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0400
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0241
Variationskoeffizient (VK_r)	4,69%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0456
Variationskoeffizient (VK_R)	8,86%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0942
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,1098
Untere Grenze des Zielbereichs	0,348
Obere Grenze des Zielbereichs	0,725
Quotient S^*/σ_{pt}	0,42
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0151
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,16
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

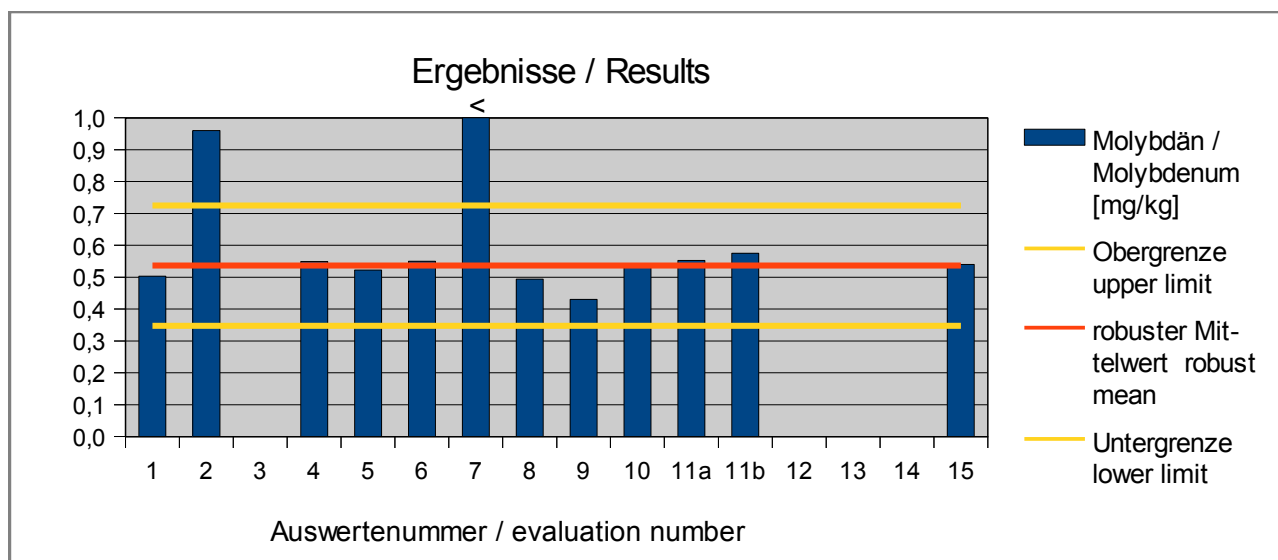


Abb. 22: Ergebnisse Molybdän / Fig. 22: Results Molybdenum

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

Auswertenummer Evaluation number	Molybdän / Molybdenum [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,503	-0,033	-0,4	-0,3	
2	0,96	0,424	4,5	3,9	Ausreisser / Outlier
3					
4	0,549	0,013	0,1	0,1	
5	0,522	-0,014	-0,2	-0,1	
6	0,55	0,014	0,1	0,1	
7	< 1				
8	0,4938	-0,042	-0,4	-0,4	
9	0,43	-0,106	-1,1	-1,0	
10	0,54	0,004	0,0	0,0	
11a	0,5525	0,016	0,2	0,1	
11b	0,575	0,039	0,4	0,4	
12					
13					
14					
15	0,54	0,004	0,0	0,0	

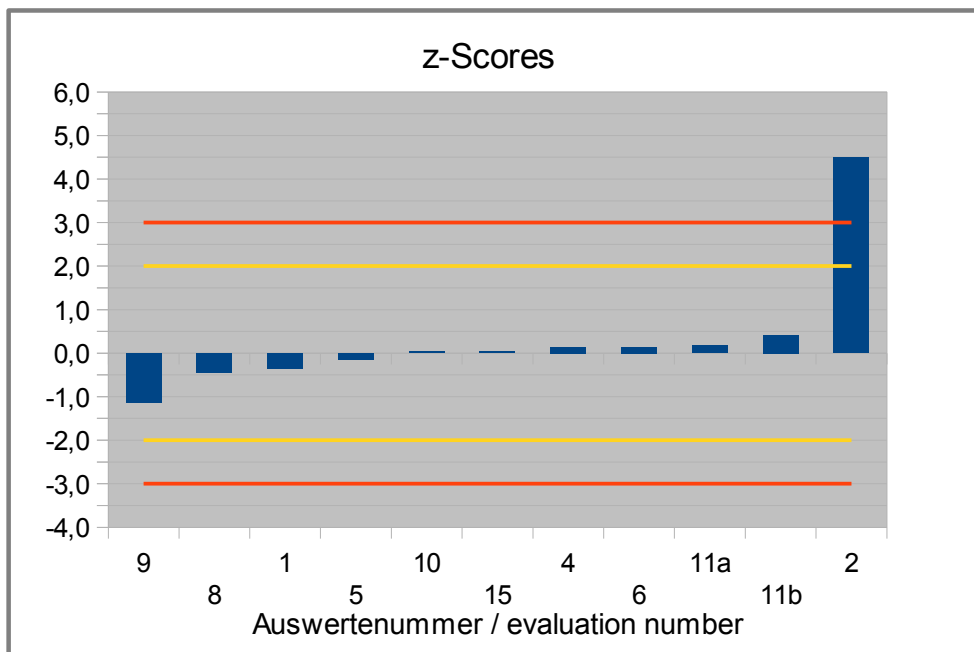


Abb. 23: Z-Scores Molybdän

Fig. 23: Z-Scores Molybdenum

4.13 Ni - Nickel in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,40
Median	1,38
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,40
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,232
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0614
Variationskoeffizient (VK_r)	4,40%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,219
Variationskoeffizient (VK_R)	15,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,213
Untere Grenze des Zielbereichs	0,972
Obere Grenze des Zielbereichs	1,82
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0703
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,33
Ergebnisse im Zielbereich	17
Prozent im Zielbereich	100%

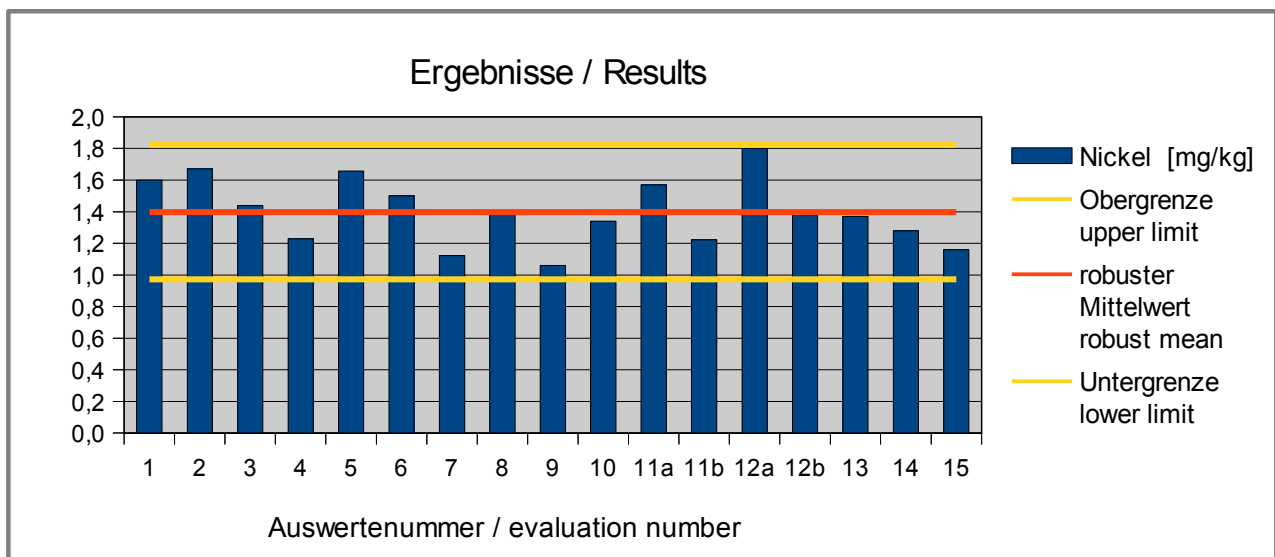


Abb. 24: Ergebnisse Nickel / Fig. 24: Results Nickel

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

Auswertenummer Evaluation number	Nickel [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	1,6	0,203	1,0	
2	1,67	0,273	1,3	
3	1,44	0,043	0,2	
4	1,229	-0,168	-0,8	
5	1,657	0,260	1,2	
6	1,5	0,103	0,5	
7	1,122	-0,275	-1,3	
8	1,41	0,013	0,1	
9	1,06	-0,337	-1,6	
10	1,34	-0,057	-0,3	
11a	1,57	0,173	0,8	
11b	1,222	-0,175	-0,8	
12a	1,8	0,403	1,9	
12b	1,38	-0,017	-0,1	
13	1,37	-0,027	-0,1	
14	1,28	-0,117	-0,6	
15	1,159	-0,24	-1,1	

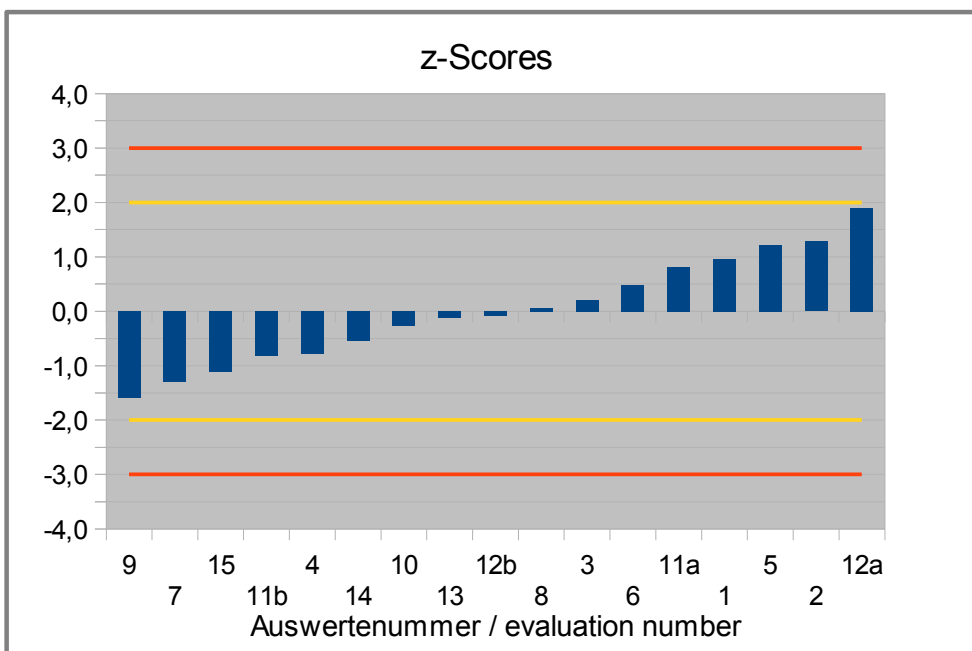


Abb. 25: Z-Scores Nickel
Fig. 25: Z-Scores Nickel

4.14 Pb - Blei / Lead in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,300
Median	0,329
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,311
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0525
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0117
Variationskoeffizient (VK_r)	3,81%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,058
Variationskoeffizient (VK_R)	19,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0592
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0407
Untere Grenze des Zielbereichs	0,192
Obere Grenze des Zielbereichs	0,429
Quotient S^*/σ_{pt}	0,89
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0164
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,28
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	88%

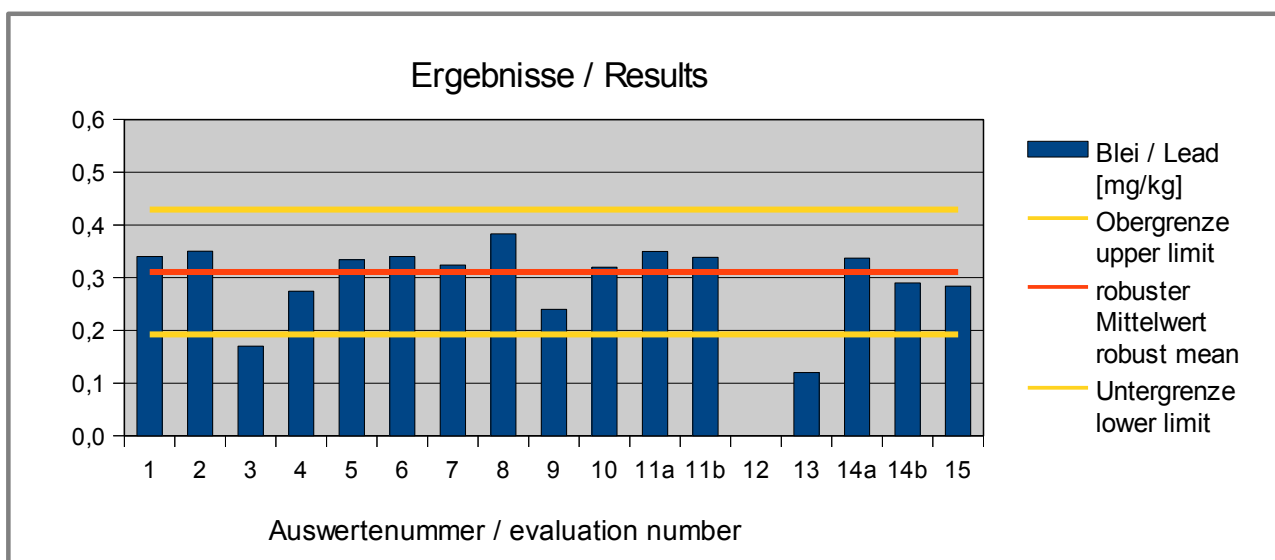


Abb. 26: Ergebnisse Blei / Fig. 26: Results Lead

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

Auswertenummer Evaluation number	Blei / Lead [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,34	0,029	0,5	0,7	
2	0,35	0,039	0,7	1,0	
3	0,17	-0,141	-2,4	-3,5	
4	0,274	-0,037	-0,6	-0,9	
5	0,334	0,023	0,4	0,6	
6	0,34	0,029	0,5	0,7	
7	0,324	0,013	0,2	0,3	
8	0,3832	0,073	1,2	1,8	
9	0,24	-0,071	-1,2	-1,7	
10	0,32	0,009	0,2	0,2	
11a	0,3495	0,039	0,7	1,0	
11b	0,3385	0,028	0,5	0,7	
12					
13	0,12	-0,191	-3,2	-4,7	Ausreisser / Outlier
14a	0,337	0,026	0,4	0,7	
14b	0,29	-0,021	-0,3	-0,5	
15	0,284	-0,03	-0,4	-0,7	

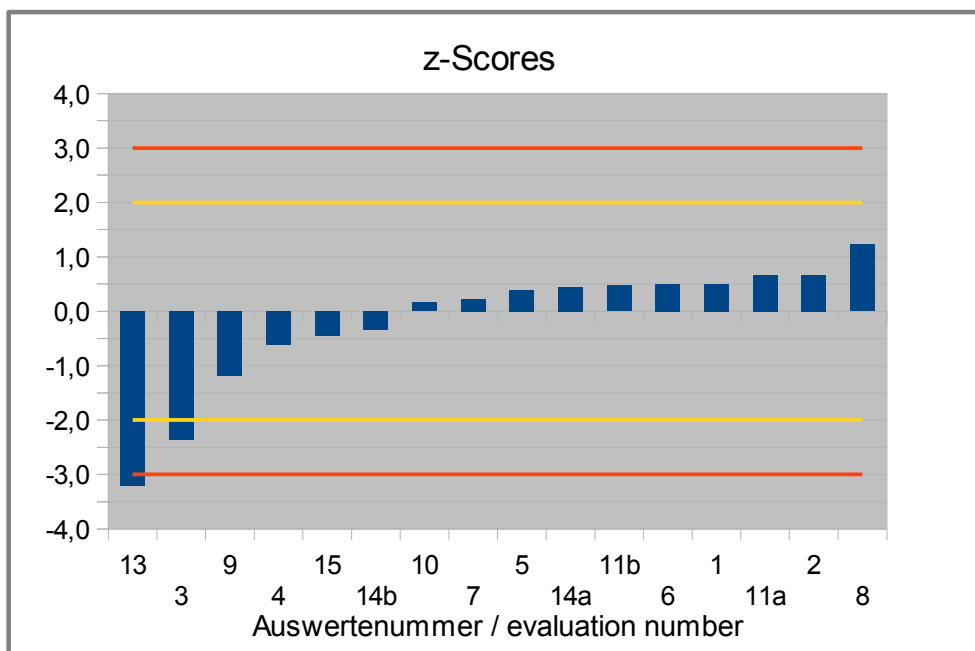


Abb. 27: Z-Scores Blei
Fig. 27: Z-Scores Lead

4.15 Rb - Rubidium in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	Alle*	ICP-MS*	RFA*
Anzahl der Messergebnisse	6	4	2
Anzahl der Ausreißer	-	-	-
Mittelwert	3,11	3,77	1,78
Median	3,61	3,85	
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,11	3,77	
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,19	0,28	
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen			
Wiederholstandardabweichung (S_r)			
Variationskoeffizient (VK_r)			
Vergleichsstandardabweichung (S_R)			
Variationskoeffizient (VK_R)			
Zielkenndaten:			
Zielstandardabweichung σ_{pt}			
Zielstandardabweichung (zur Information)			
Untere Grenze des Zielbereichs			
Obere Grenze des Zielbereichs			
Quotient S^*/σ_{pt}			
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$			
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$			
Ergebnisse im Zielbereich			
Prozent im Zielbereich			

* Methoden siehe Dokumentation

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

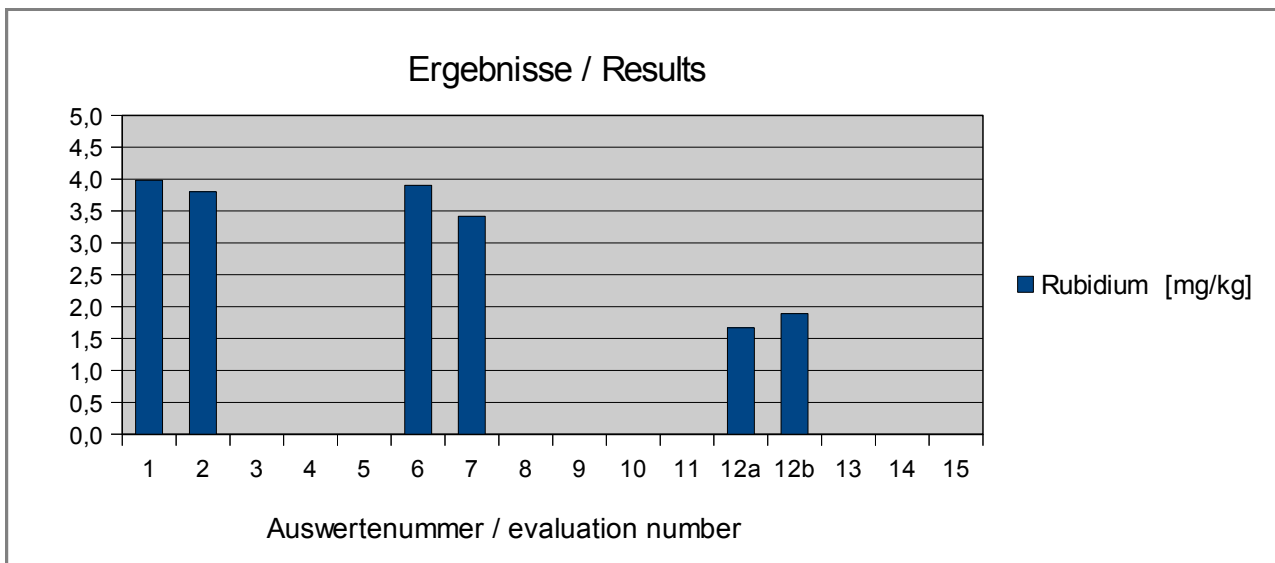


Abb. 28: Ergebnisse Rubidium / Fig. 28: Results Rubidium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Rubidium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,98				ICP-MS
2	3,8				ICP-MS
3					
4					
5					
6	3,9				ICP-MS
7	3,418				ICP-MS
8					
9					
10					
11					
12a	1,67				RFA
12b	1,89				RFA
13					
14					
15					

4.16 Se - Selen / Selenium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,90
Median	1,79
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,86
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,481
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,172
Variationskoeffizient (VK_r)	9,22%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,704
Variationskoeffizient (VK_R)	37,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,272
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,136
Untere Grenze des Zielbereichs	1,32
Obere Grenze des Zielbereichs	2,41
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,150
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,55
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	81%

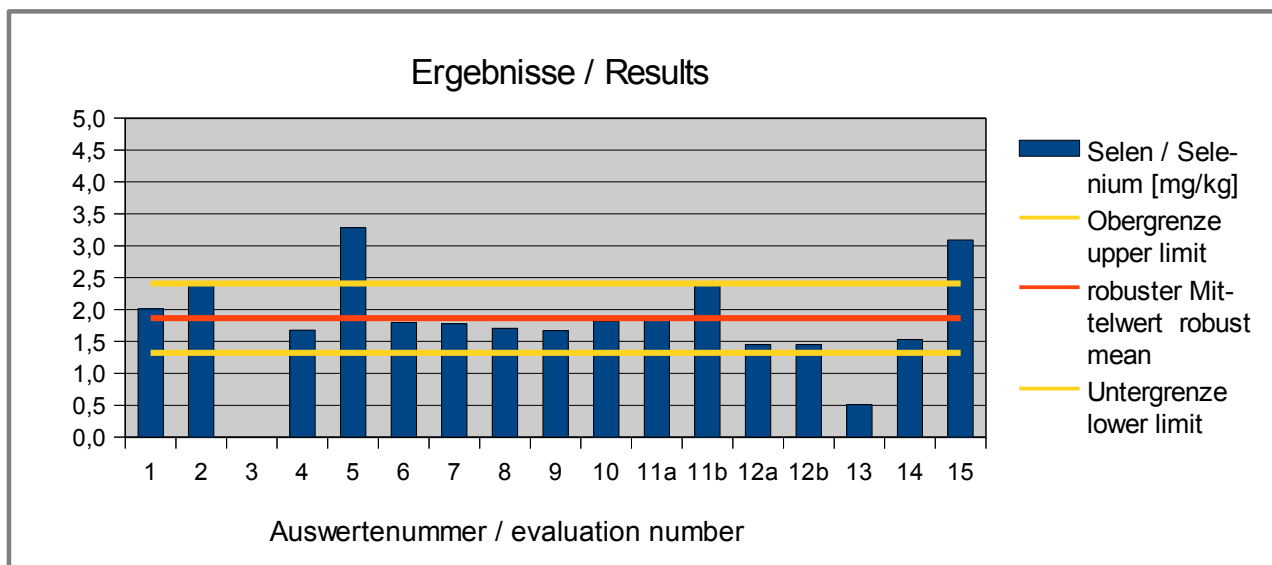


Abb. 29: Ergebnisse Selen / Fig. 29: Results Selenium

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

Auswertenummer Evaluation number	Selen / Selenium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2,01	0,145	0,5	1,1	
2	2,4	0,535	2,0	3,9	
3					
4	1,678	-0,187	-0,7	-1,4	
5	3,281	1,416	5,2	10,4	
6	1,8	-0,065	-0,2	-0,5	
7	1,778	-0,087	-0,3	-0,6	
8	1,707	-0,158	-0,6	-1,2	
9	1,667	-0,198	-0,7	-1,5	
10	1,82	-0,045	-0,2	-0,3	
11a	1,8495	-0,015	-0,1	-0,1	
11b	2,3835	0,519	1,9	3,8	
12a	1,45	-0,415	-1,5	-3,0	
12b	1,45	-0,415	-1,5	-3,0	
13	0,51	-1,355	-5,0	-9,9	
14	1,53	-0,335	-1,2	-2,5	
15	3,089	1,22	4,5	9,0	

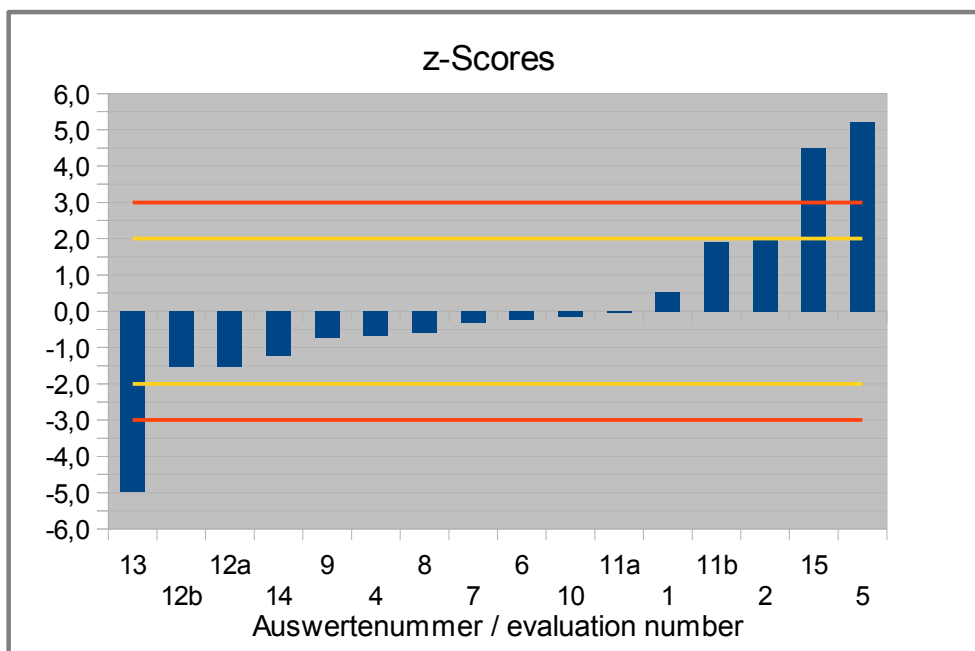


Abb. 30: Z-Scores Selen
Fig. 30: Z-Scores Selenium

4.17 Ti - Titan / Titanium in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	21,6
Median	22,9
Robuster Mittelwert (x_{pt})	21,9
Robuste Standardabweichung (S^*)	8,92
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK_r)	
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	
Variationskoeffizient (VK_R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S^*/σ_{pt}	
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

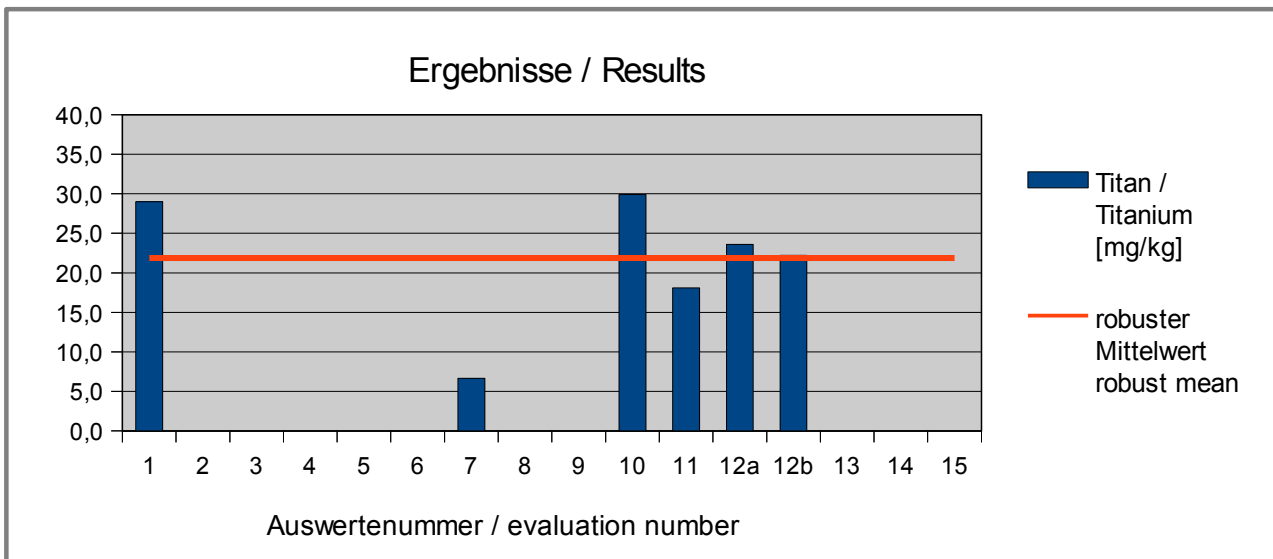


Abb. 31: Ergebnisse Titan / Fig. 31: Results Titanium

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

Auswertenummer Evaluation number	Titan / Titanium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	29	7,1			
2					
3					
4					
5					
6					
7	6,65	-15,2			
8					
9					
10	29,9	8,0			
11	18,1	-3,8			
12a	23,6	1,7			
12b	22,21	0,3			
13					
14					
15					
16					

4.18 V - Vanadium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,41
Median	1,40
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,40
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,318
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0255
Variationskoeffizient (VK_r)	1,83%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,242
Variationskoeffizient (VK_R)	17,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,213
Untere Grenze des Zielbereichs	0,977
Obere Grenze des Zielbereichs	1,83
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,120
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,56
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	82%

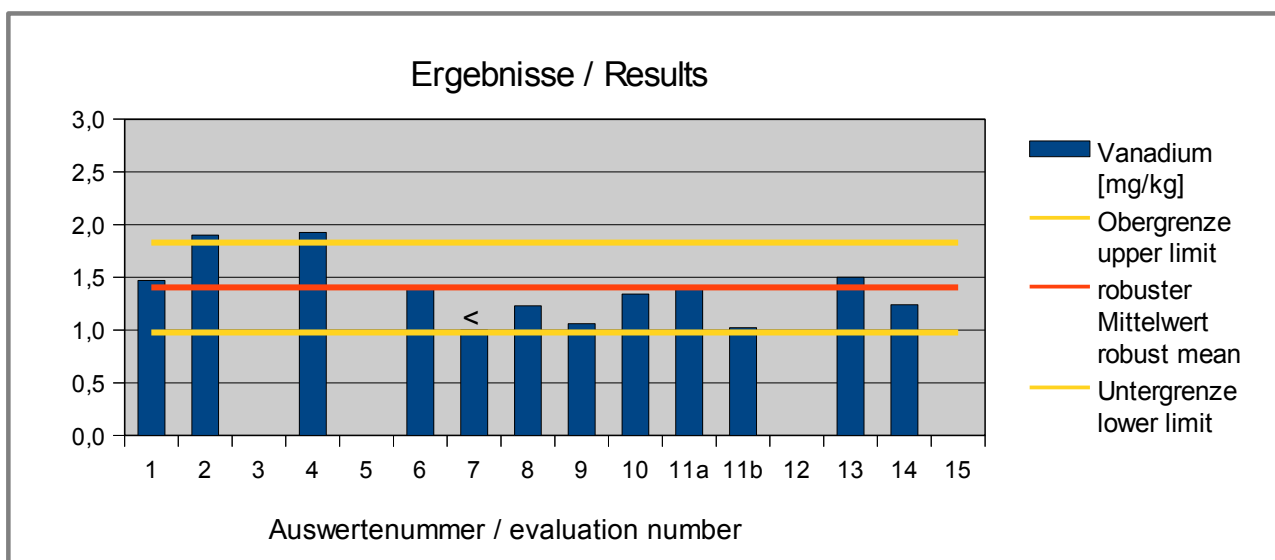


Abb. 32: Ergebnisse Vanadium / Fig. 32: Results Vanadium

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

Auswertenummer	Vanadium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	Remark
1	1,47	0,067	0,3	
2	1,9	0,497	2,3	
3				
4	1,925	0,522	2,4	
5				
6	1,4	-0,003	0,0	
7	< 1			
8	1,23	-0,173	-0,8	
9	1,06	-0,343	-1,6	
10	1,34	-0,063	-0,3	
11a	1,42	0,017	0,1	
11b	1,0215	-0,382	-1,8	
12				
13	1,5	0,097	0,5	
14	1,24	-0,163	-0,8	
15				

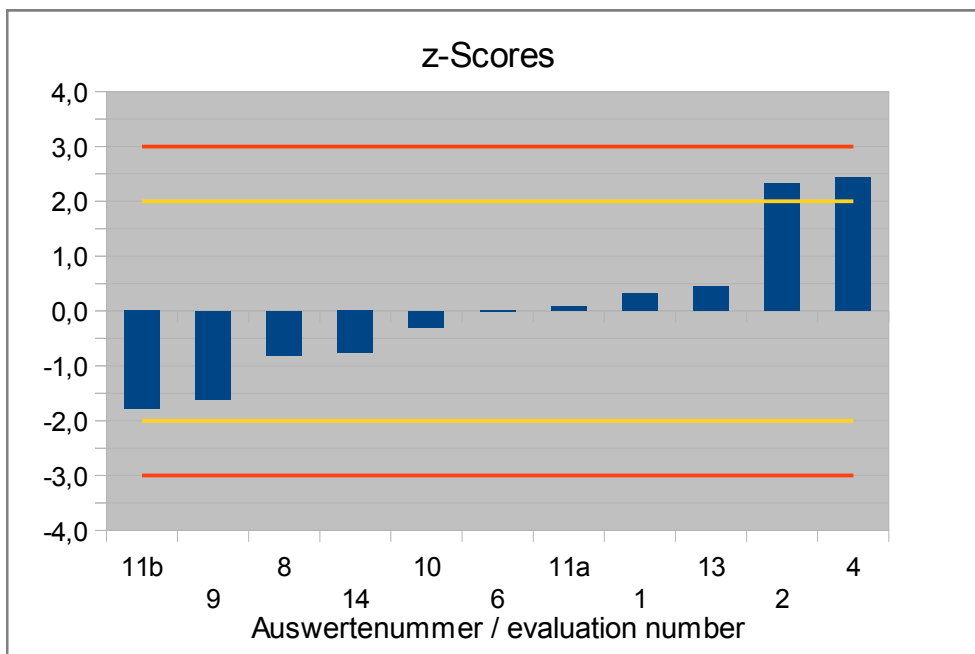


Abb. 33: Z-Scores Vanadium
Fig. 33: Z-Scores Vanadium

4.19 Y - Yttrium in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	2
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,10
Median	0,10
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,10
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,010
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK_r)	
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	
Variationskoeffizient (VK_R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S^*/σ_{pt}	
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

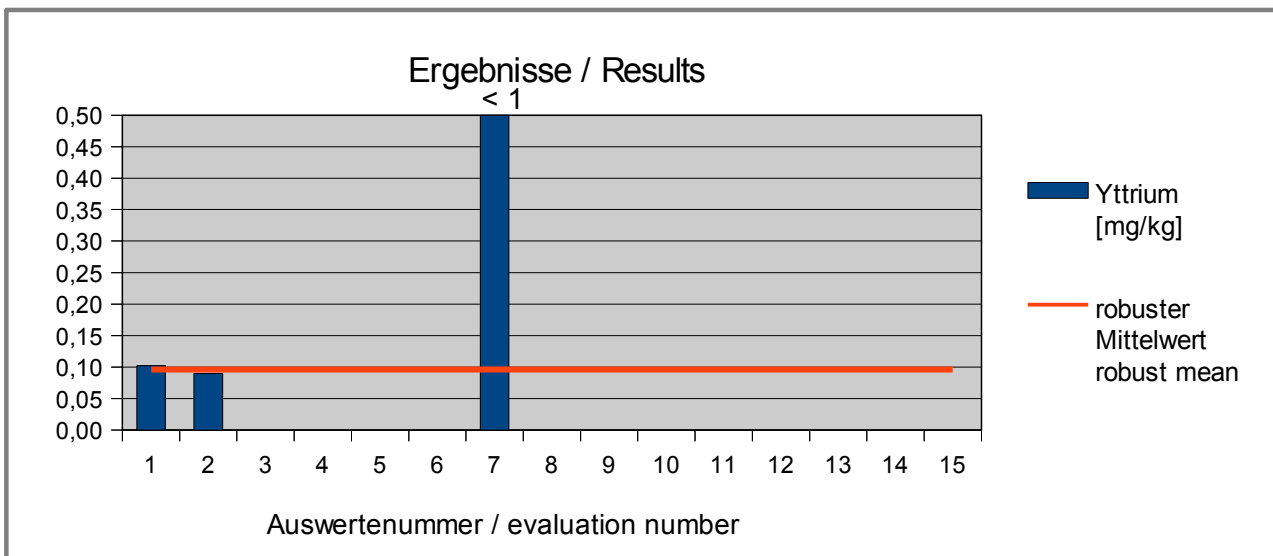


Abb. 34: Ergebnisse Yttrium / Fig. 34: Results Yttrium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Yttrium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	0,102	0,006	0,3	0,3	
2	0,09	-0,006	-0,3	-0,3	
3					
4					
5					
6					
7	< 1				
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					

4.20 Zn - Zink / Zinc in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	51,1
Median	50,1
Robuster Mittelwert (X_{pt})	51,0
Robuste Standardabweichung (S^*)	5,17
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	2,94
Variationskoeffizient (VK_r)	5,74%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	5,86
Variationskoeffizient (VK_R)	11,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	4,51
Zielstandardabweichung (zur Information)	3,67
Untere Grenze des Zielbereichs	42,0
Obere Grenze des Zielbereichs	60,0
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	1,67
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,37
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	87%

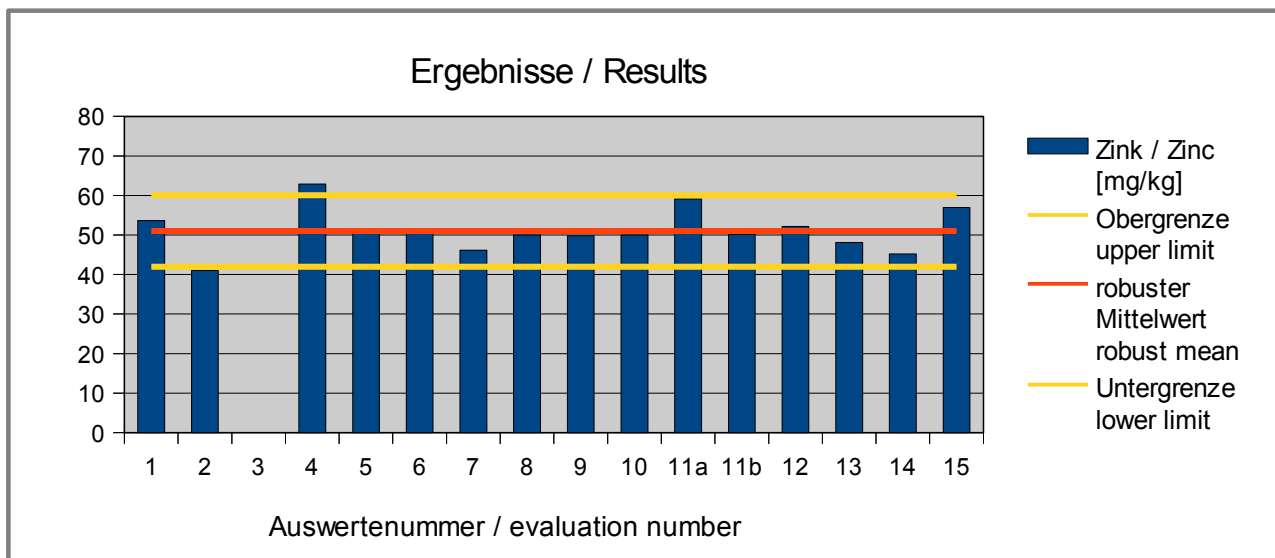


Abb. 35: Ergebnisse Zink / Fig. 35: Results Zinc

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

Auswertenummer Evaluation number	Zink / Zinc [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	53,6	2,61	0,6	0,7	
2	41	-9,99	-2,2	-2,7	
3					
4	62,855	11,87	2,6	3,2	
5	51,07	0,08	0,0	0,0	
6	51	0,01	0,0	0,0	
7	46,16	-4,83	-1,1	-1,3	
8	50,01	-0,98	-0,2	-0,3	
9	49,8	-1,19	-0,3	-0,3	
10	50	-0,99	-0,2	-0,3	
11a	59,065	8,08	1,8	2,2	
11b	50,11	-0,88	-0,2	-0,2	
12	52,15	1,16	0,3	0,3	
13	48,1	-2,89	-0,6	-0,8	
14	45,21	-5,78	-1,3	-1,6	
15	56,952	5,96	1,3	1,6	

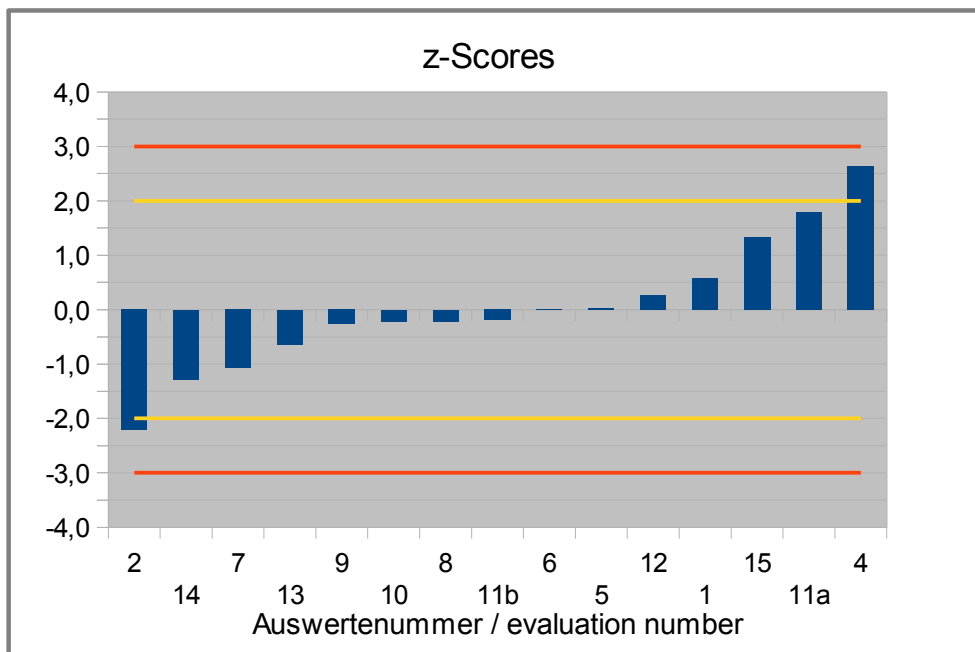


Abb. 36: Z-Scores Zink
Fig. 36: Z-Scores Zinc

5. Dokumentation

5.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Al	1	mg/kg	07	36	03.06.16	602	597	607	nein	-
	2	mg/kg	2	31	25.05.16				ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	334,7	359,9	309,5	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	455,95	465,5	446,4		
	6	mg/kg	10	72						
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	202	201	203	nein	
	8	mg/kg	22	71	10.05.16	575,2	573,5	576,9	nein	
	9	mg/kg	27	45	03.06.	427	425	429	nein	
	10	mg/kg	39	68	19.05.	527	523	531	nein	
	11	mg/kg	40	15	09.05.16	326,95	292,7 / 361,2		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63	24.05.	521	516,5	525,4	nein	90-110
	15	mg/kg	19	61						

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
As	1	mg/kg	07	36	03.06.16	7,29	7,04	7,55	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	7,05	6,95	7,22	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	4,34	4,86	3,82	nein	117
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	0,5	0,49	0,5	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	6,18	6,15	6,2		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	7	7,4	6,6	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	6,65	6,41	6,89	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	6,64	6,66	6,62	ja	110
	9	mg/kg	27	45	26.05.	6,28	6,31	6,24	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	6,55	6,71	6,39	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	7,33	7,47 / 7,18		nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	7,4	7,296 / 7,501		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	6,35	6,34	6,35	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	6,7	6,73	6,67	nein	-
	13	mg/kg	12	58	12.05.16	1,21	1,22	1,2	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	6,17	6,23	6,11	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	6,95	6,97	6,93			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Ba	1	mg/kg	07	36	03.06.16	3,35	3,37	3,32	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,69	1,62	1,77	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,4	1,51	1,28	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	1,95	2,11	1,8		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	3,2	3,5	2,8	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	<1	<1	<1	nein	
	8	mg/kg	22	71	07.06.16	3,1	3,11	3,1	ja	107
	9	mg/kg	27	45	03.06.	2,31	2,17	2,45	nein	
	10	mg/kg	39	68	25.05.	2,93	2,93	2,92	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.2016	1,885		1,63 / 2,013	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	1,64	1,391 / 1,891		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-		-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Cd	1	mg/kg	07	36	03.06.16	1,11	1,11	1,11	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,02	1,03	1,01	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	1,07	1,08	1,06	nein	101
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,02	1,03	1,01	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	1,02	1,02	1,01		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,1	1	1,1	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	1,07	1,04	1,09	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	1	0,99	1	ja	110
	9	mg/kg	27	45						
	10	mg/kg	39	68	17.05.	0,96	0,98	0,94	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,05		1,074 / 1,034	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	1,12	1,134 / 1,098		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58	18.05.16	0,95	0,97	0,92	nein	
	14a	mg/kg	24	63	24.05.	1,03	1,03	1,03	nein	100-105
14b	mg/kg	24	63	13.05.	1,03	1,02	1,04	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	0,95	0,95	0,95			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Co	1	mg/kg	07	36	03.06.16	0,6	0,6	0,6	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	0,62	0,62	0,63	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	0,59	0,6	0,59	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	0,61	0,62	0,61		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	0,60	0,58	0,61	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	0,55	0,54	0,57	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	0,56	0,56	0,55	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	0,49	0,49	0,49	nein	
	10	mg/kg	39	68	06.06.	0,56	0,56	0,55	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	0,63		0,636 / 0,617	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	0,62	0,627 / 0,62		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63	24.05.	0,56	0,57	0,56	nein	80
15	mg/kg	19	61	11.05.16	0,59	0,58	0,59			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Cr	1	mg/kg	07	36	03.06.16	1,33	1,31	1,34	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,22	1,17	1,27	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	1,12	1,12	1,11	nein	106
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,37	1,39	1,36	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	1,46	1,46	1,47		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,4	1,4	1,4	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	0,65	0,66	0,65	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	1,27	1,27	1,26	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	0,96	0,93	0,98	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	1,19	1,19	1,19	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,04		0,979 / 1,094	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	1,23	1,184 / 1,278		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	1,85	1,85	1,85	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	1,28	1,18	1,38	nein	-
	13	mg/kg	12	58	18.05.16	1,62	1,61	1,64	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	1,13	1,13	1,12	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	0,63	0,62	0,65			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Cu	1	mg/kg	07	36	03.06.16	5,76	5,7	5,83	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	5,67	5,62	5,72	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	5,83	5,64	6,01	nein	96
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	4,58	5,68	3,47	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	5,76	5,74	5,78		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	6,1	5,9	6,2	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	5,24	5,32	5,16	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	6,09	6,2	5,98	nein	
	9	mg/kg	27	45	03.06.	6,03	6,11	5,95	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	5,23	5,3	5,15	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	6,17		6,31 / 6,02	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	6,13	6,211 / 6,054		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	5,41	5,33	5,48	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	5,5	5,45	5,54	nein	-
	13	mg/kg	12	58	18.05.16	7,2	7,1	7,3	nein	
14	mg/kg	24	63							
15	mg/kg	19	61	11.05.16	5,6	5,52	5,67			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Fe	1	mg/kg	07	36	03.06.16	333	330	336	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	310	304	315	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	314,33	326,45	302,2	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	310,65	309,8	311,5		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	348	363	334	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	250	248	251	nein	
	8	mg/kg	22	71	10.05.16	304,5	303	305,9	nein	
	9	mg/kg	27	45	03.06.	321	321	320	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	297	303	291	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	299,4		291,3 / 307,5	nein	100
	11b	mg/kg	40	15	09.05.16	311,65	306,4 / 316,9		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	310,6	309,49	311,71	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	314,62	313,6	315,64	nein	-
	13	mg/kg	12	58	21.05.16	254	253	255	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	300	301,7	298,1	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	217,97	209,59	226,36			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
I	1a	mg/kg	07	36	03.06.16	9,96	10,1	9,82	nein	
	1b	mg/kg	07	36	03.06.16	14,2	14,8	13,6	nein	-
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	9,7	9,64	9,76	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	2,7	2,62	2,77	nein	
	5	mg/kg	18	57						
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	10,5	10,5	10,5	nein	
	7	mg/kg	9	47	03.05.16	<100	<100	<100	no	
	8	mg/kg	22	71	28.04.16	2,1	2,12	2,08	nein	
	9	mg/kg	27	45	12.05.	11,4	11,44	11,36	nein	
	10	mg/kg	39	68	18.05.	11,8	11,9	11,6	nein	
	11	mg/kg	40	15	04.05.16	10,65	10,905 / 10,388			
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Li	1	mg/kg	07	36	03.06.16	1,45	1,44	1,45	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,4	1,32	1,47	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	11,72	11,77	11,68	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	1,47	1,31	1,63		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,4	1,6	1,3	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	1,56	1,55	1,57	nein	
	8	mg/kg	22	71						
	9	mg/kg	27	45	26.05.	1,27	1,27	1,26	nein	
	10	mg/kg	39	68		nicht untersucht				
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,44		1,513 / 1,366	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		2,44	2,407 / 2,477		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Mn	1	mg/kg	07	36	03.06.16	9,04	9,03	9,05	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	9,1	8,94	9,2	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	9,1	8,71	9,55	nein	104
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	8,38	8,82	7,93	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	9,66	9,6	9,72		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	10	11	10	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	7,28	7,22	7,33	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	8,38	8,37	8,4	nein	
	9	mg/kg	27	45	03.06.	9,34	9,43	9,25	nein	
	10	mg/kg	39	68	23.05.	8,64	8,62	8,66	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	9,54		9,71 / 9,37	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		8,7	8,709 / 8,696		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	8,29	8,17	8,4	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	8,86	8,74	8,98	nein	-
	13	mg/kg	12	58	31.05.16	7,4	7,6	7,3	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	8,73	8,66	8,79	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	8,29	8,34	8,23			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Mo	1	mg/kg	07	36	03.06.16	0,5	0,5	0,51	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	0,96	1,01	0,92	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	0,55	0,59	0,5	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	0,52	0,52	0,53		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	0,55	0,57	0,54	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	<1	<1	<1	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	0,49	0,49	0,49	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	0,43	0,42	0,43	nein	
	10	mg/kg	39	68	19.05.	0,54	0,54	0,53	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	0,55		0,553 / 0,552	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		0,58	0,601 / 0,549		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61	11.05.16	0,54	0,54	0,54			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Ni	1	mg/kg	07	36	03.06.16	1,6	1,59	1,61	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,67	1,56	1,78	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	1,44	1,39	1,48	nein	113
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,23	1,32	1,14	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	1,66	1,68	1,64		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,5	1,4	1,5	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	1,12	1,09	1,15	nein	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	1,41	1,42	1,4	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	1,06	1,05	1,07	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	1,34	1,35	1,32	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,57		1,59 / 1,57	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		1,22	1,212 / 1,232		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	1,8	1,81	1,79	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	1,38	1,41	1,35	nein	-
	13	mg/kg	12	58	19.05.16	1,37	1,35	1,39	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	1,28	1,29	1,27	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	1,16	1,15	1,17			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Pb	1	mg/kg	07	36	03.06.16	0,34	0,34	0,34	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	0,35	0,36	0,37	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52	04.06.	0,17	0,18	0,15	nein	115
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	0,27	0,26	0,29	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	0,33	0,34	0,33		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	0,34	0,34	0,34	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	0,32	0,33	0,32	no	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	0,38	0,39	0,38	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	0,24	0,23	0,25	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	0,32	0,33	0,31	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	0,35		0,36 / 0,3495	no	100
	11b	mg/kg	40	15		0,34	0,329 / 0,348		no	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58	19.05.16	0,12	12	0,12	nein	
	14a	mg/kg	24	63	24.05.	0,34	0,34	0,34	nein	90-110
14b	mg/kg	24	63	12.05.	0,29	0,3	0,29	nein	90-110	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	0,28	0,28	0,29			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Rb	1	mg/kg	07	36	03.06.16	3,98	4	3,96	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	3,8	3,62	3,97	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16					
	5	mg/kg	18	57						
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	3,9	4	3,9	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	3,42	3,38	3,45	nein	
	8	mg/kg	22	71						
	9	mg/kg	27	45						
	10	mg/kg	39	68		nicht untersucht				
	11	mg/kg	40	15	10.05.16					
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	1,67	1,68	1,65	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	1,89	1,91	1,87	nein	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Se	1	mg/kg	07	36	03.06.16	2,01	2,01	2,01	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	2,4	2,01	2,84	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,68	1,69	1,67	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	3,28	3,15	3,42		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,8	1,9	1,7	nein	
	7	mg/kg	9	47	04.05.16	1,78	1,76	1,79	no	
	8	mg/kg	22	71	31.05.16	1,71	1,7	1,72	nein	
	9	mg/kg	27	45	13.05.	1,67	1,69	1,65	nein	
	10	mg/kg	39	68	18.05.	1,82	1,82	1,82	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,85		1,839 / 1,86	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		2,38	2,524 / 2,243		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	1,45	1,45	1,45	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	1,45	1,45	1,44	nein	-
	13	mg/kg	12	58	24.05.16	0,51	0,51	0,51	nein	
14	mg/kg	24	63	24.05.	1,53	1,51	1,54	nein	90-100	
15	mg/kg	19	61	11.05.16	3,09	3,17	3,01			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Ti	1	mg/kg	07	36	03.06.16	29	29,6	28,3	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16				ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16					
	5	mg/kg	18	57						
	6	mg/kg	10	72						
	7	mg/kg	9	47	26.05.16	6,65	6,59	6,71	nein	
	8	mg/kg	22	71						
	9	mg/kg	27	45						
	10	mg/kg	39	68	25.05.	29,9	30,2	29,6	nein	
	11	mg/kg	40	15	10.05.16	18,1	16,03 / 20,17		nein	100
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	23,6	23,34	23,85	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	22,21	23,76	20,65	nein	-
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
V	1	mg/kg	07	36	03.06.16	1,47	1,48	1,46	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	1,9	1,86	1,86	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	1,93	1,93	1,92	nein	
	5	mg/kg	18	57						
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	1,4	1,5	1,4	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	<1	<1	<1	no	
	8	mg/kg	22	71	06.06.16	1,23	1,24	1,22	nein	
	9	mg/kg	27	45	26.05.	1,06	1,04	1,07	nein	
	10	mg/kg	39	68	20.05.	1,34	1,33	1,34	nein	
	11a	mg/kg	40	15	10.05.16	1,42		1,35 / 1,49	nein	100
	11b	mg/kg	40	15		1,02	0,955 / 1,088		nein	100
	12	mg/kg	38	65	-	-	-	-	-	-
	13	mg/kg	12	58	12.05.16	1,5	1,5	1,5	nein	
	14	mg/kg	24	63	24.05.	1,24	1,24	1,24	nein	90-110
15	mg/kg	19	61							

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Y	1a	mg/kg	07	36	03.06.16	0,1	0,1	0,1	nein	
	1b	mg/kg	07	36	25.05.16	0,09	0,08	0,1	ja / nein	100
	2	mg/kg	2	31						
	3	mg/kg	34	52	17.05.16					
	4	mg/kg	44	60						
	5	mg/kg	18	57						
	6	mg/kg	10	72	03.05.16	<1	<1	<1	nein	
	7	mg/kg	9	47						
	8	mg/kg	22	71						
	9	mg/kg	27	45		nicht untersucht				
	10	mg/kg	39	68	10.05.16					
	11	mg/kg	40	15	-	-	-	-	-	-
	12	mg/kg	38	65						
	13	mg/kg	12	58						
	14	mg/kg	24	63						
15	mg/kg	19	61	03.06.16	0,1	0,1	0,1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Incl. RR	Recovery rate [%]
Zn	1	mg/kg	07	36	03.06.16	53,6	55	52,3	nein	
	2	mg/kg	2	31	25.05.16	41	39,9	42,2	ja / nein	100
	3	mg/kg	34	52						
	4	mg/kg	44	60	17.05.16	62,86	70,39	55,33	nein	
	5	mg/kg	18	57	02.05.16	51,07	50,93	51,21		
	6	mg/kg	10	72	28.04.16	51	52	49	nein	
	7	mg/kg	9	47	23.05.16	46,16	46,35	45,97	nein	
	8	mg/kg	22	71	10.05.16	50,01	49,87	50,14	nein	
	9	mg/kg	27	45	03.06.	49,8	50,1	49,6	nein	
	10	mg/kg	39	68	17.05.	50	51,2	48,7	nein	
	11	mg/kg	40	15	10.05.16	59,07	59,27 / 58,86			
	12a	mg/kg	38	65	18.05.16	50,11	50,14	50,08	nein	-
	12b	mg/kg	38	65	23.05.16	52,15	52,28	52,01	nein	-
	13	mg/kg	12	58	31.05.16	48,1	48,7	47,4	nein	
	14	mg/kg	24	63	24.05.	45,21	45,82	44,59	nein	85-90
15	mg/kg	19	61	11.05.16	56,95	56,91	57			

5.2 Homogenität

5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben

Homogenitätsprüfung anhand der Bestimmung von Kupfer mittels ICP-OES (VDLUFA III, 10.8.2):

Wiederholmessungen	mg/kg
1	5,96
2	6,03
3	5,21
4	5,57
5	5,97

Allgemeiner Mittelwert 5,75
Wiederholstandardabweichung 0,352 6,12%

5.2.2 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials anhand der Trendlinien-Funktion charakterisieren:

Al - Aluminium	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	65,9
Probennummern	7 - 71
Anzahl der Proben	16
Steigung:	-0,0388
Trendlinienbereich	455,93 - 455,31 mg/kg
Abweichung Trendlinie	455,62 ± 0,310 mg/kg
Prozent von σ_{pt}'	0,47 %

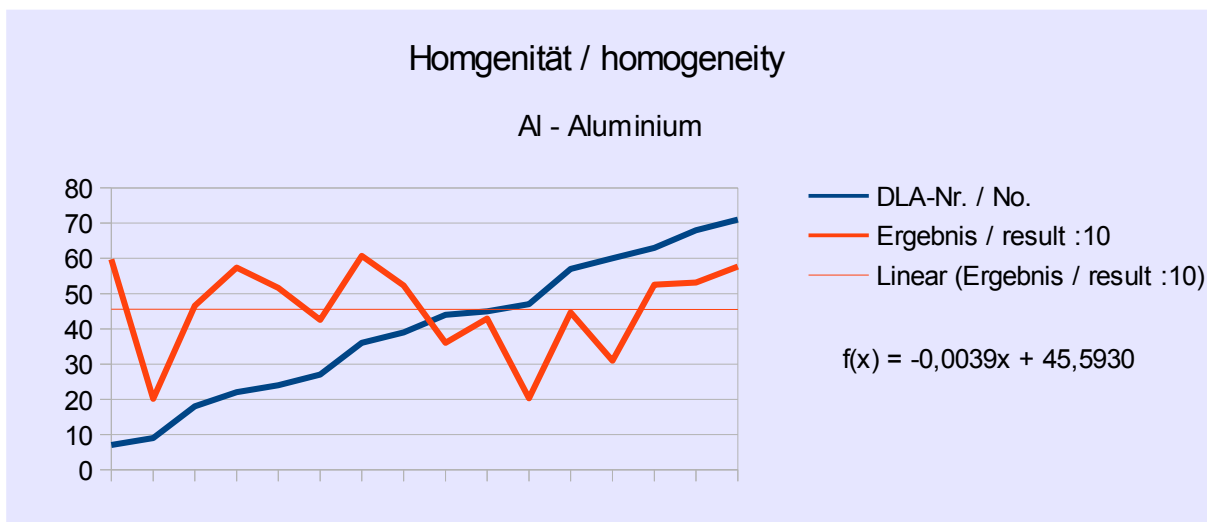


Abb. 37: Trendfunktion Probennummern / Al Ergebnisse (1/10 dargestellt)

Fig. 37: trend line function sample number / Al results (1/10 shown)

Pb - Blei	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0592
Probennummern	2 - 72
Anzahl der Proben	24
Steigung:	-0,0012
Trendlinienbereich	0,3234 - 0,2956 mg/kg
Abweichung Trendlinie	0,3095 ± 0,0139 mg/kg
Prozent von σ_{pt}	23,5 %

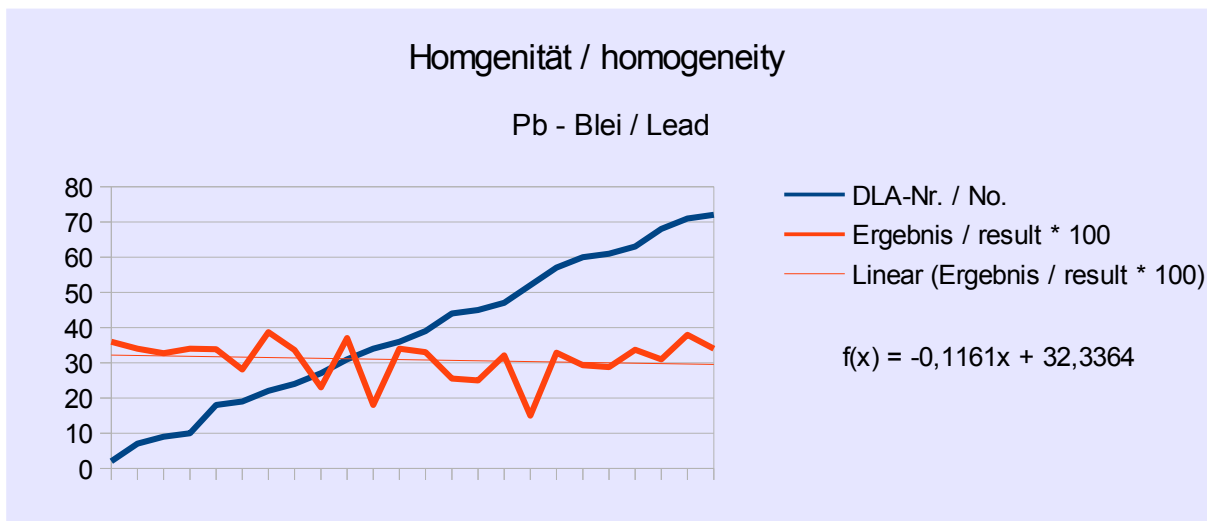


Abb. 38: Trendfunktion Probennummern / Pb Ergebnisse (*100 dargestellt)
Fig. 38: trend line function sample number / Pb results (*100 shown)

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

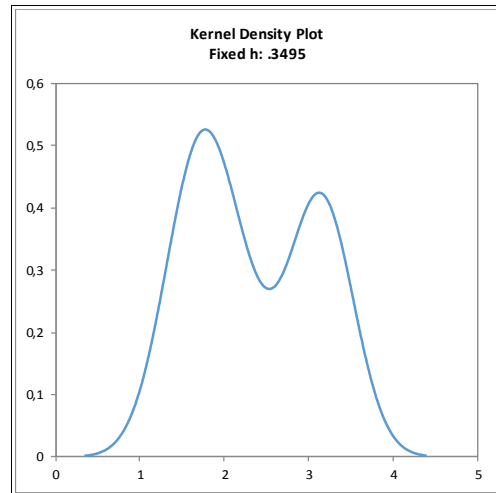
Abbildungen:

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

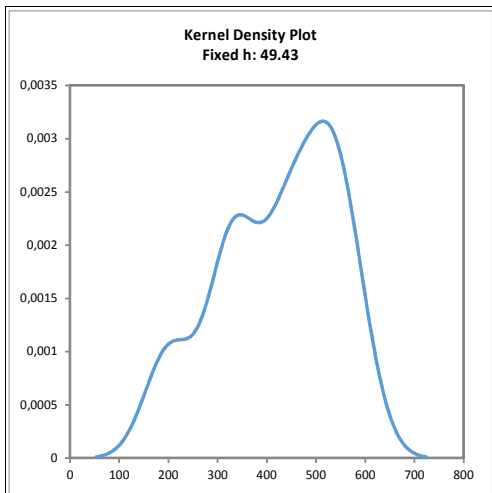
Figures:

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

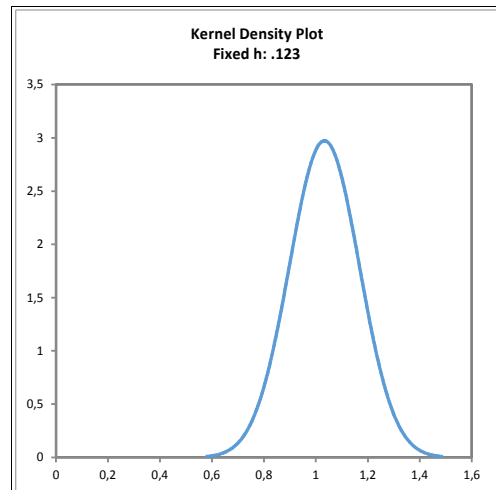
Ba - Barium



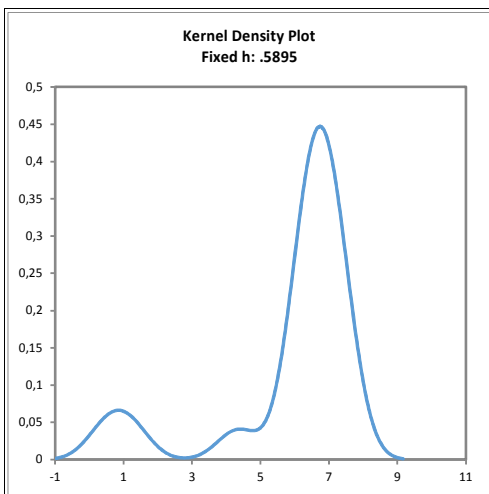
Al - Aluminium



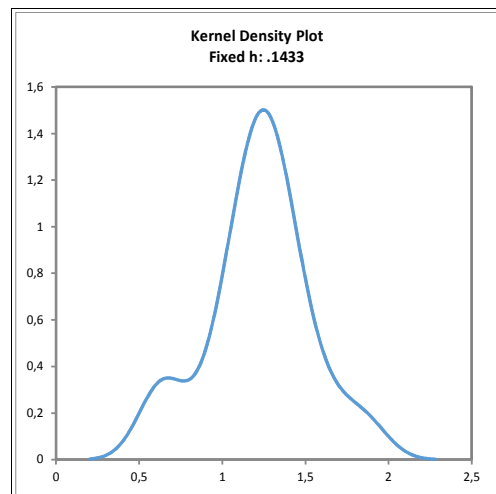
Cd - Cadmium



As - Arsen / Arsenic



Cr - Chrom / Chromium



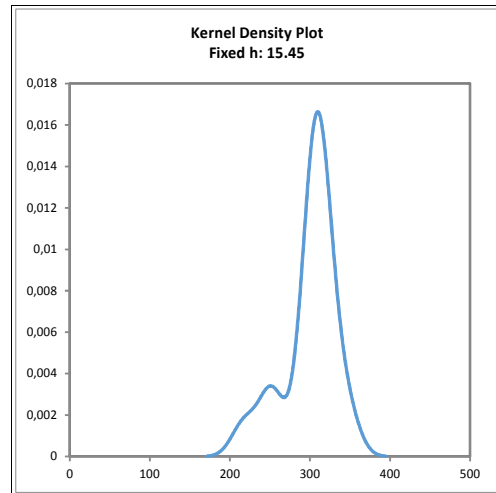
Abbildungen:

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

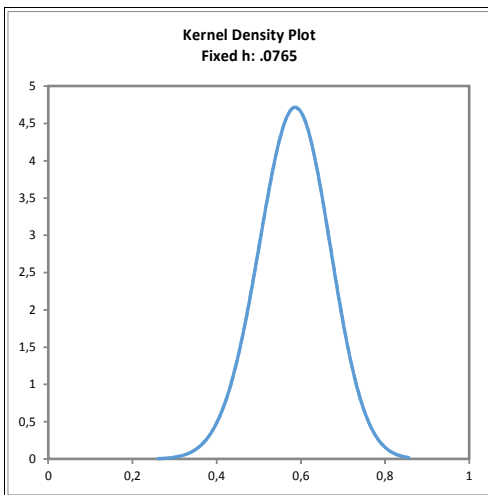
Figures:

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

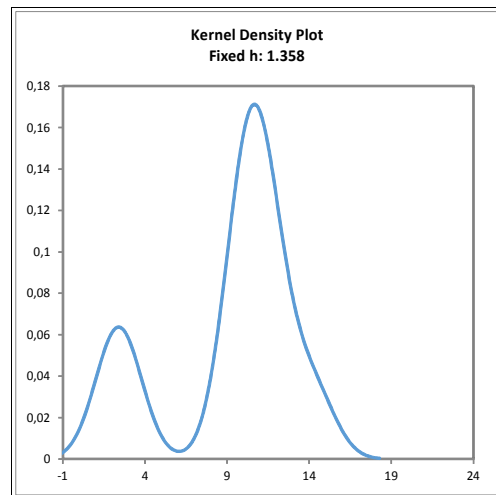
Fe - Eisen / Iron



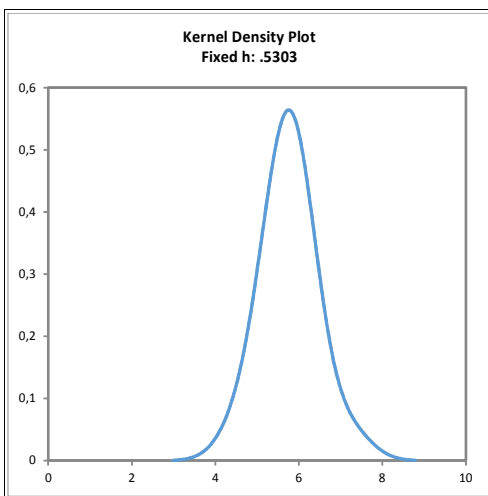
Co - Kobalt / Cobalt



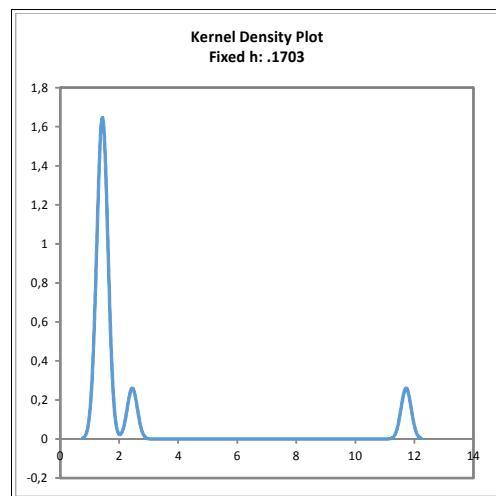
I - Iod / Iodine



Cu - Kupfer / Copper



Li - Lithium



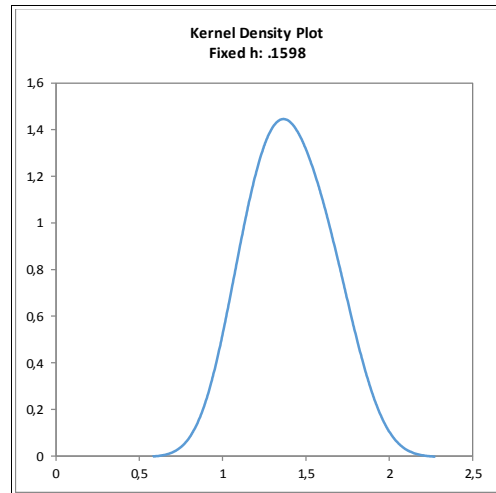
Abbildungen:

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

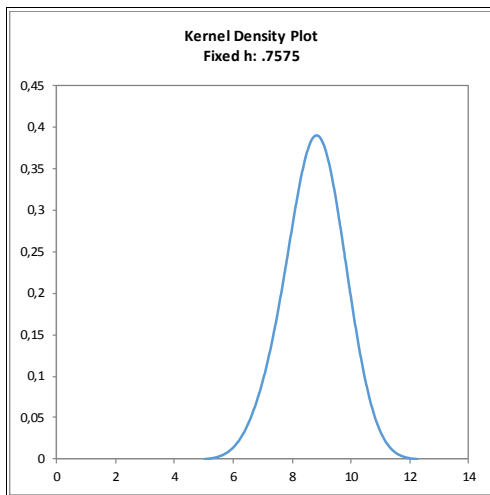
Figures:

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

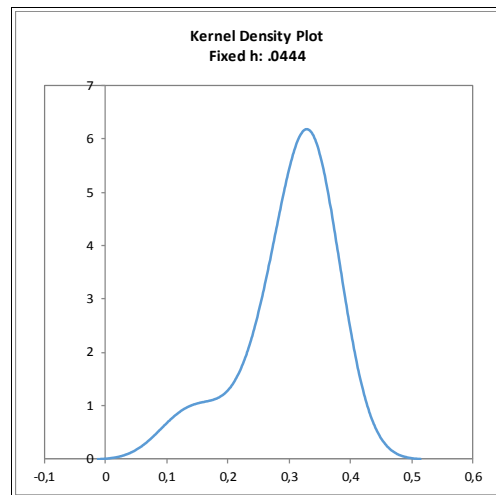
Ni - Nickel



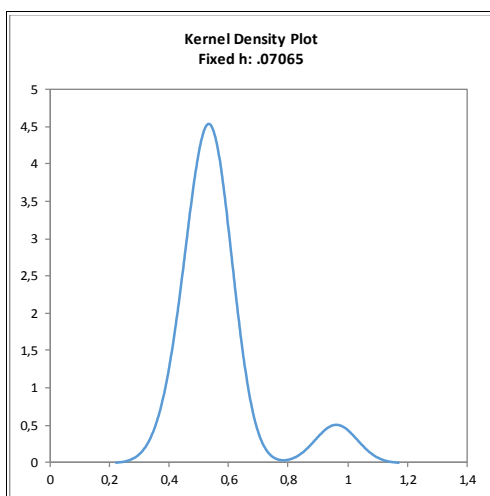
Mn - Mangan / Manganese



Pb - Blei / Lead



Mo - Molybdän / Molybdenum



Rb - Rubidium

< 8 Ergebnisse
< 8 Results

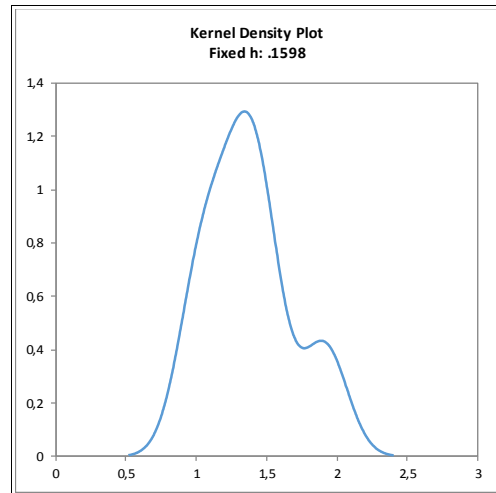
Abbildungen:

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

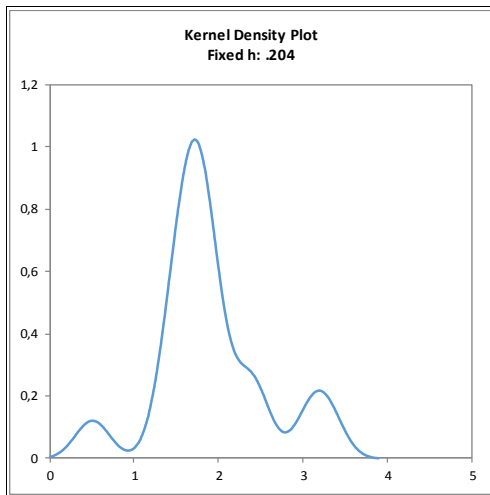
Figures:

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

V - Vanadium



Se - Selen / Selenium



Y - Yttrium

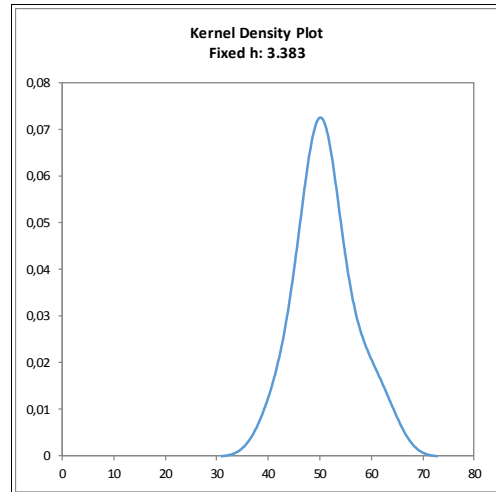
< 8 Ergebnisse

< 8 Results

Ti - Titan / Titanium

Zn - Zink / Zinc

< 8 Ergebnisse
< 8 Results



5.4 Analytische Methoden*Angaben der Teilnehmer*

Teilnehmer	Elemente	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschlussmethode	Aufschlusslösung	Referenzmaterial	Kalibrierverfahren	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Elements	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization	Hydrolization solution	Referencematerial	Calibration	Method accredited	Further remarks
1	Al, Fe	ICP-OES	ja	0,5 g	Mikrowelle	HNO3/H2O2		extern	ja	
1	As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Se, Ti, V, Y, Zn	ICP-MS	ja	0,5 g	Mikrowelle	HNO3/H2O2		extern	ja	
1a	I	DIN EN 15111	ja	0,5 g	Extraktion mit TMAH			extern	ja	
1b	I	Photometrie	ja	0,05 g	Schöninger-Verbrennung; photometrische Bestimmung von Iod in der Verbrennungslösung		ERM BD-151	extern	ja	
2	Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, I, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Se, Ti, V, Y, Zn	EN 15763: Lebensmittel - Bestimmung von Elementspuren nach Druckaufschluss	ja	400 mg	Mikrowellen Druckaufschluss			linear	ja	
3	As	DIN EN 14627 ASU L 00.00-19/6	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/6	Königswasser	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
3	Cd, Pb	DIN EN 14083 ASU L 00.00-19/3	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/3	H2O2/HNO3	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
3	Cr	DIN EN 1233 E 10-4	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/3	H2O2/HNO3	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
3	Cu	DIN EN 14084	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/3	H2O2/HNO3	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
3	Mn	DIN 38406 E 33-2	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/3	H2O2/HNO3	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
3	Ni	DIN 38406-E 11-2	schütteln	0,5 g	ASU L 00.00-19/3	H2O2/HNO3	Plankon BCR-414	Mehrpunkt	ja	
4									ja	
5	Al, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Zn	DIN EN ISO 17294-2	schütteln	0,4	HNO3, H2O2		ja	6-Punkt-Kal.	ja	
6	As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Se, V, Zn	ICPMS nach Mikrowellendruckaufschluss	IKA-Mühle MF10	0,2-0,5 g	Mikrowellendruckaufschluss (HNO3/H2O2)	HNO3	Reismehl, Pfirsichblätter, Flechten	Standard-Kalibration	ja	
6	I	ICPMS nach Mikrowellendruckaufschluss	IKA-Mühle MF10	0,5 g	Mikrowellendruckaufschluss (HNO3/H2O2)	TMAH	Milchpulver	Standard-Kalibration	ja	
7	Al, Ba, Cu, Fe, I, Li, Mn, Mo, Ti, V, Y, Zn	ICPAES		0,5g	Digiprep®	HNO3+H2O2			no	
7	As, Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Rb, Se	ICPMS		0,5g	Digiprep®	HNO3+H2O2			yes	
8	Al, Fe, Zn	DIN EN ISO 11885	mit dem Spatel gerührt	0,5g	Druckaufschluss 300 °C	H2O/HNO3/H2O2	Pflanze, Wasser	5-Punkt, Standardkalibration	ja	
8	As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, I, Mn, Mo, Ni, Pb, V	DIN EN ISO 17294-2	mit dem Spatel gerührt	0,5g	Druckaufschluss 300 °C	H2O/HNO3/H2O2	Pflanze, Wasser	3-Punkt, Standardkalibration	ja	
8	Se	§ 64 LFGB L 00.00-19	mit dem Spatel gerührt	0,5g	Druckaufschluss 300 °C	H2O/HNO3/H2O2	Pflanze, Wasser	7-Punkt, Standardkalibration	ja	

Teilnehmer	Elemente	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschlussmethode	Aufschlusslösung	Referenzmaterial	Kalibrierverfahren	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Elements	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization	Hydrolization solution	Referencematerial	Calibration	Method accredited	Further remarks
9	Al, Ba, Cu, Fe, Mn, Zn	DIN EN ISO 11885 (E22) (09.2009)	Ja	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂	Ja		ja	
9	As, Co, Cr, Li, Mo, Ni, Pb, V	DIN EN ISO 17294 - E 29 (02.2005)	Ja	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂	Ja		ja	
9	I	DIN EN 15111 (06.2007)	Ja	0,5 g	TMAH-Extrakt	TMAH	Ja		ja	
9	Se	DIN 38405 (D 23) (10.1194)	Ja	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂	Ja		ja	
10	Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Ti, V, Zn	mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	0,2 g	Mikrowelle	HNO ₃	Al, Cr, Ni, Zn: tea leaves (TL); As, Ba, Cd, Mn, Mo, Se: bush branches and leaves (NCS); Pb: Soya flour	ext. mit IS In	ja	
10	I	Iod (ICP-MS), DIN EN 15111, 2007-06 (mod.)	mischen	0,2 g	Mikrowelle	TMAH	milk powder	ext. mit IS Te	ja	
11a	As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, V	ICP-MS	Grindomix	0,59 g	Mikrowelle	HN03 + H2O2	PK Nahrungsergänzungsmittel		As, Cd, Cu, Fe, Pb: ja; Ba, Cr, Li, Mn, Mo, Ni, Se, V: nein	
11b	Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Ti, V, Zn	ICP-OES	Grindomix	0,59 g	Mikrowelle	HN03 + H2O2	PK Nahrungsergänzungsmittel		Al, Zn: ja	
11	I	ICPMS		160 mg	TMAH	4-5 % TMAH	Milchpulver	0 - 5 - 20 -50 - 100 - 200 ppb	nein	Jens Sloth
12a	As, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Rb, Se, Ti, Zn	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	Roth, Multi-Element	ISTD (Ga)	nein	
12b	As, Cd, Cu, Fe, Mn, Ni, Rb, Se, Ti, Zn	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	Kugelmühle, Homogenisator	400 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃ und H ₂ O ₂	Roth, Multi-Element	ISTD (Ga)	nein	
13	As, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, V	DIN EN ISO 15586 E4		ca. 1 g	Druckaufschluss	HNO ₃	kein	5 Punkt	ja	
13	Fe	DIN 38406 E-32		ca. 1 g	Druckaufschluss	HNO ₃	kein	5 Punkt	ja	
13	Mn	DIN 38406 E33-1		ca. 1 g	Druckaufschluss	HNO ₃	kein	5 Punkt	ja	
14a	Al, As, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, Se, V, Zn	ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mechanisch gemischt	80-120 mg	Mikrowellenaufschluss	kein gesonderter weiterer Aufschluss	DORM-4, IAEA-407, DLA 41/2015	5-Punkt	ja	
14b	Cd, Pb	GF-ZAAS nach Mikrowellenaufschluss	mechanisch gemischt	80-120 mg	Mikrowellenaufschluss	kein gesonderter weiterer Aufschluss	DORM 5	5-Punkt	ja	
15	As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Zn	AA 53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	Mikrowelle	HNO ₃ + H ₂ O ₂	NIST Standard Reference Material 3280		ja	

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland

[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswerte-Berichts nicht angegeben.]

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. ASU §64 L 00.00-157 (2016-2): Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)
17. ASU §64 L 00.00-158 (2016-2): Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der optischen Emmissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)
18. ASU §64 L 00.00-135 (2011-01) / DIN EN 15763:2010: Bestimmung von Arsen, Cadmium, Quecksilber und Blei in Lebensmitteln mit ICP-MS nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead in foodstuffs by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) after pressure digestion
19. ASU §64 L 00.00-19/2: Bestimmung von Eisen, Kupfer, Mangan und Zink mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Flamme
20. ASU §64 L 00.00-19/3 / DIN EN 14083: Bestimmung von Blei, Cadmium, Chrom und Molybdän mit Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic

- absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion
21. ASU §64 L 00.00-19/5: Bestimmung von Selen mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) -Hydridtechnik
 22. ASU §64 L 00.00-144 : Bestimmung der Mineralstoffe Ca, K, Mg, Na, P und S sowie der Spurenelemente Fe, Cu, Mn und Zn in Lebensmitteln mit ICP-OES
 23. ASU §64 L 00.00-93 / DIN EN 15111: Bestimmung von Iod in Lebensmitteln - ICP-MS-Verfahren / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of iodine by ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)
 24. ASU §64 L 00.00-127 / EN 15764: Bestimmung von Zinn in Lebensmitteln mit der Flammen- und Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of tin by flame and graphite furnace atomic absorption spectrometry (FAAS and GFAAS) after pressure digestion
 25. ASU §64 L 00.00-128 / DIN EN 15765: Bestimmung Zinn in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of tin by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) after pressure digestion
 26. ASU §64 L 31.00-10: Bestimmung der Gehalte an Natrium, Kalium, Calcium und Magnesium in Frucht- und Gemüsesäften - Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (AAS)

DLA 58/2016 - Schwermetalle und Spurenlemente

Alle 15 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, I, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, V und Zn. Bei weniger als 7 Ergebnissen für einen Parameter wurden die Ergebnisse der Teilnehmer bezüglich dieses Parameters nicht bewertet (Rb, Ti, Y). Die Zielstandardabweichungen wurden für alle anderen Elemente nach dem Modell nach Horwitz berechnet. Es lagen 67% bis 100% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen. 2 Teilnehmer haben ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien).