

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 44/2017

Nahrungsergänzungsmittel II:

**B, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P,
Se, Zn**

in Tabletten- und Kapselpulver

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

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 44/2017
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (16. Oktober 2017) Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	Dr. Matthias Besler (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler</i> Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed G. Wichmann</i> Datum / Date: 16. Oktober 2017
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben. The analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters are subcontracted by DLA.
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.

Inhalt

1. Einleitung.....	5
2. Durchführung.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	7
2.1.2 Stabilität.....	8
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	9
2.3 Ergebnisübermittlung.....	9
3. Auswertung.....	10
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	10
3.2 Robuste Standardabweichung.....	10
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	10
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	11
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	11
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung) . . .	12
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	13
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	13
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	15
3.7 z-Score.....	15
3.8 z'-Score.....	17
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	17
3.10 Quotient S^*/opt	18
3.11 Standardunsicherheit.....	18
4. Ergebnisse.....	19
4.1 Bor / Boron in mg/100g.....	21
4.2 Calcium in mg/100g.....	23
4.3 Chrom / Chromium in $\mu\text{g}/100\text{g}$	25
4.4 Eisen /Iron in mg/100g.....	27
4.5 Kalium / Potassium in mg/100g.....	29
4.6 Kupfer / Copper in mg/100g.....	31
4.7 Magnesium in mg/100g.....	33
4.8 Mangan / Manganese in mg/100g.....	35
4.9 Molybdän / Molybdenum in $\mu\text{g}/100\text{g}$	37
4.10 Phosphor / Phosphorus in mg/100g.....	39
4.11 Selen / Selenium in $\mu\text{g}/100\text{g}$	41
4.12 Zink / Zinc in mg/100g.....	43

5.	Dokumentation.....	45
5.1	Angaben der Teilnehmer.....	45
5.1.1	Primärdaten.....	45
5.1.2	Analytische Methoden.....	57
5.2	Homogenität.....	69
5.2.1	Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben. . .	69
5.2.2	Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	69
5.3	Stabilität.....	71
5.3.1	Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	71
5.4	Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	73
5.5	Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	76
6.	Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	77
7.	Verzeichnis relevanter Literatur.....	78

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine Mischung von drei handelsüblichen Nahrungsergänzungsmitteln, zwei Multi-Vitamin- und Multi-Mineralstoff-Produkte und ein Produkt mit Bor-Verbindungen, sowie Malto-dextrin als Füllstoff/Trägerstoff.

Die Rohstoffe wurden zerkleinert bzw. die Kapselhüllen entfernt, mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh < 500 µm), zusammen gegeben und homogenisiert.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 10 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Zutaten) und die auf Basis der Herstellerangaben berechneten Gehalte an Mineralstoffen sind in Tabelle 1 bzw. 2 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Multi-Mineralstoff-Pulver
<p><u>Zutaten</u> (1. Nahrungsergänzungsmittel, Tabletten): Mineralstoffe, Vitamine, Füllstoffe: Dicalciumphosphat, Mikrokristalline Cellulose, Hydroxypropylmethylcellulose, Trennmittel: Fettsäuren, Ginseng, Stabilisatoren: Natriumsalze von Speisefettsäuren, Siliciumdioxid, Überzugsmittel: Magnesiumsalze von Speisefettsäuren, Hydroxymethylcellulose, Glycerin, Talkum, Carnaubawax</p>
<p><u>Zutaten</u> (2. Nahrungsergänzungsmittel, Tabletten): Calciumhydrogenphosphat, Magnesiumoxid, Calciumcarbonat, Stärke, Füllstoff: Hydroxypropylmethylcellulose, Vitamin C, Vitamin E, Trennmittel: Speisefettsäuren und Magnesiumsalze von Speisefettsäuren, Niacinamid, Eisenfumarat, Pantothenensäure, Lutein, Vitamin A, Kupfersulfat, Zinkoxid, Mangansulfat, Vitamin D3, Vitamin B6, Vitamin K1, Vitamin B2, Vitamin B1, Coenzyme Q10, Vitamin B12, Folsäure, Chromchlorid, Kaliumjodid, Natriummolybdat, Natriumselenit, Biotin, Farbstoffe: Titanandioxid, Eisenoxid, Überzugsmittel: Polyethylenglycol, Polyvinylpyrrolidon, Trennmittel: Talkum.</p>
<p><u>Zutaten</u> (3. Nahrungsergänzungsmittel, Kapselpulver ohne Kapselhülle): Bor-Citrat, Bor-Aspartat, Bor-Gycinat, Mikrokristalline Cellulose, Riboflavin</p>
<p><u>weitere Zutaten:</u> Kaliumchlorid, Maltodextrin</p>

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

Tabelle 2: Aus den Angaben der Hersteller (deklarierte Gehalte) berechnete Gehalte an den EP-Parametern

Parameter	Gehalt pro 100 g
Bor	100 mg
Calcium	6900 mg *
Chrom	1800 µg
Eisen	280 mg
Kalium	5400 mg
Kupfer	44 mg
Magnesium	4800 mg
Mangan	68 mg
Molybdän	1000 µg
Phosphor	4300 mg *
Selen	1900 µg
Zink	290 mg

* zusätzliche Gehalte aus Füllstoffen möglich

2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand einer 8 fachen Bestimmung von Kupfer mittels ICP-MS überprüft. Die Wiederholstandardabweichung liegt mit 1,44 % im Bereich üblicher relativer Wiederholstandardabweichungen genormten 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 alle Analyten < 4,5% (1,35% - 4,12%). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU-Methoden, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [16-26]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.12).

Tabelle 3: Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK_r
Bor	2,05 %
Calcium	1,58 %
Chrom	2,83 %
Eisen	2,60 %
Kalium	2,47 %
Kupfer	1,89 %
Magnesium	1,77 %
Mangan	2,28 %
Molybdän	4,12 %
Phosphor	1,35 %
Selen	3,52 %
Zink	2,28 %

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 Kupfer und Calcium im Bereich von 5,4 % und 36,5% der Zielstandardabweichungen σ_{pt} bzw. σ_{pt}' (s. 5.2 Homogenität) und können als niedrig bis akzeptabel 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].

2.1.2 Stabilität

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Referenzmaterialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität (a_w -Wert $< 0,5$) eine gute Lagerstabilität bezüglich der Haltbarkeit der Probe (mikrobieller Verderb) und des Gehalts an dem EP-Parameter Cumarin. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

Darüberhinaus wurden die **Messergebnisse der Teilnehmer** dem zugehörigen **Analysendatum** gegenüber gestellt, um die Stabilität des LVU-Materials anhand der Trendlinien-Funktion über den **Durchführungszeitraum** (44-57 Tage) der LVU zu charakterisieren.

Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für Kupfer und Calcium bei 29 % und 43 % der Zielstandardabweichungen σ_{pt} bzw. σ_{pt}' (s. Dokumentation 5.3 Stabilität) und können daher als niedrig bis akzeptabel betrachtet werden.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 37. Kalenderwoche 2017 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 04. August 2017.

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 mit den o.g. Parametern [in Überschrift des Anschreibens] in der Matrix Tabletten- bzw. Kapselpulver. Die Analysenmethode ist freigestellt.

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.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.
(siehe Dokumentation unter Punkt 5.5 EP-Informationen)

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Alle 18 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

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]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

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

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik 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 für alle nachstehenden Parameter die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1): Kupfer, Kalium, Mangan, Molybdän, Phosphor und Zink.

Zusätzlich wurde für Bor, Calcium, Chrom, Eisen, Magnesium und Selen die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) wurde nicht zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen, weil die Präzisionsdaten nicht mit vergleichbarer Matrix und nicht in vergleichbarem Konzentrationsniveau ermittelt wurden wie die vorliegenden LVU-Proben.

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

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

Tabelle 4: 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 [mg/kg]	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Ca	Hummer	183	4,90%	6,31%	5,27%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	6191	3,41%	7,97%	7,60% ¹	ICP-OES [22]
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%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	4,51	4,30%	11,06%	10,6% ¹	ICP-OES [22]
Fe	Hummer	12,1	6,45%	8,59%	7,28%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	77	2,75%	6,98%	6,70% ¹	ICP-OES [22]
K	Hummer	871	3,63%	6,27%	5,71%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	6733	4,08%	5,49%	4,67% ¹	ICP-OES [22]
Mn	Hummer	1,20	4,74%	7,95%	7,21%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	2,19	4,67%	13,7%	13,3% ¹	ICP-OES [22]
Mg	Hummer	85	3,73%	8,63%	8,21%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	599	4,30%	7,64%	7,01% ¹	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]
P	Hummer	973	3,16%	7,13%	6,78%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	4129	3,45%	7,87%	7,48% ¹	ICP-OES [22]
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%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	43,5	2,60%	6,89%	6,64% ¹	ICP-OES [22]

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

Tabelle 5 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

Tabelle 5: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2016 (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
B	Kartoffel	3,88	0,689	17,8%	1,4	DLA 46/2017
B	Tablette/Kapsel	1170	183	15,6%	2,0 ¹	DLA 44/2017
Ca	Kartoffel	238	12,0	5,04%	0,72	DLA 46/2017
Ca	Tablette/Kapsel	81630	5240	6,42%	1,8 ¹	DLA 44/2017
Cr	Muschel-Fisch	1,23	0,266	21,6%	1,4	DLA 58/2016
Cr	Kartoffel	**	-	-	-	DLA 46/2017
Cr	Tablette/Kapsel	21,0	4,74	22,6%	1,9	DLA 44/2017
Cu	Muschel-Fisch	5,75	0,439	7,63%	0,62	DLA 58/2016
Cu	Kartoffel	1,98	0,117	5,90%	0,41	DLA 46/2017
Cu	Tablette/Kapsel	432	33,1	7,66%	1,2	DLA 44/2017
Fe	Muschel-Fisch	305	22,1	7,24%	1,1	DLA 58/2016
Fe	Kartoffel	15,0	1,22	8,10%	0,76	DLA 46/2017
Fe	Tablette/Kapsel	3200	357	11,2%	2,0 ¹	DLA 44/2017
K	Kartoffel	13162	604	4,59%	1,2	DLA 46/2017
K	Tablette/Kapsel	53370	3160	5,92%	1,9%	DLA 44/2017
Mg	Kartoffel	736	27,1	3,68%	0,62	DLA 46/2017
Mg	Tablette/Kapsel	48490	3660	7,55%	1,9 ¹	DLA 44/2017
Mn	Muschel-Fisch	8,79	0,696	7,93%	0,69	DLA 58/2016
Mn	Kartoffel	3,66	0,327	8,9%	0,68	DLA 46/2017
Mn	Tablette/Kapsel	678	73,9	10,1%	1,8	DLA 44/2017
Mo	Muschel-Fisch	0,536	0,0400	7,45%	0,42	DLA 58/2016
Mo	Kartoffel	0,197	0,0161	8,2%	0,40	DLA 46/2017
Mo	Tablette/Kapsel	12,1	2,48	20,5%	1,9	DLA 44/2017
P	Kartoffel	1451	49,1	3,38%	0,63	DLA 46/2017
P	Tablette/Kapsel	53160	2720	5,11%	1,6	DLA 44/2017
Se	Tablette/Kapsel	20,9	4,34	20,8%	1,8 ¹	DLA 44/2017
Zn	Muschel-Fisch	51,0	5,17	10,2%	1,1	DLA 58/2016
Zn	Kartoffel	7,83	0,726	9,30%	0,79	DLA 46/2017
Zn	Tablette/Kapsel	2960	143	4,85%	1,0	DLA 44/2017

¹ mit Zielstandardabweichung σ_{pt}'

** keine statistische Auswertung (< 7 bzw. < 5 Ergebnisse)

3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.11). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses (x_i) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung (σ_{pt}) und Standardunsicherheit ($U(x_{pt})$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

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

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

Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt der VK_R die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger VK_R von z.B. < 5-10% als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein VK_R von mehr als 50% auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse“ hin, sodass die Eignung für bestimmte Anwendungszwecke wie die Beurteilung von Höchstwertüberschreitungen oder die Leistungsbeurteilung der teilnehmenden 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 Parameter annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.4). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind.

Im Fall von Bor und Chrom ist jeweils 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. Die Verteilungen gehen bei Verwendung der robusten Standardabweichung als Schätzer h in eingipfelige Verteilungen über, sodass eine Auswertung durchgeführt wurde.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle Parameter nach dem Modell nach Horwitz berechnet. Zur Information wurde soweit verfügbar die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) mit angegeben.

Für Bor, Calcium, Chrom, Eisen, Magnesium und Selen zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine erhöhte Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen teilweise deutlich über 2,0. Die Parameter wurden daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt}' lagen dann im Bereich von $\leq 2,0$ (s. Tab. 5).

Für die anderen Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 1,0 bis 2,0 (s. Tab. 5).

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 $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ bzw. $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$ liegt für Kupfer und Zink mit 0,35 und 0,29 im normalen Bereich. Für alle anderen Parameter ist der Quotient mit 0,51 bis 0,60 sowie für Bor mit 0,71 erhöht. Die Standardunsicherheit $U(X_{pt})$ wurde bei der Bewertung der Ergebnisse von 6 Parametern berücksichtigt (s.o.).

Es liegen 67% bis 89% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

Die robusten Mittelwerte der Teilnehmer-Ergebnisse lagen für alle Parameter im Bereich von 98% bis 124% der Gehalte gemäß Herstellerangaben (s. Tabelle 2): bei 98-102% für Cu, K, Mg, Mn und Zn, bei 110-118% für B, Ca, Cr, Fe und Se sowie bei 121% für Mo und 124% für P.

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

Kenndaten
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (X_{pt})
Robuste Standardabweichung (S^*)
Anzahl mit m Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung (S_r)
Variationskoeffizient (VK_r) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
Zielkenndaten:
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 Ergebnisse der teilnehmenden Labore auf 3 gültige Stellen formatiert dargestellt**:

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

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

4.1 Bor / Boron in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	118
Median	116
Robuster Mittelwert (X_{pt})	117
Robuste Standardabweichung (S^*)	18,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	2,44
Variationskoeffizient (VK_r)	2,05%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	19,1
Variationskoeffizient (VK_R)	16,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	9,26
Untere Grenze des Zielbereichs	99,0
Obere Grenze des Zielbereichs	136
Quotient S^*/σ_{pt}	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	6,61
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,71
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	75%

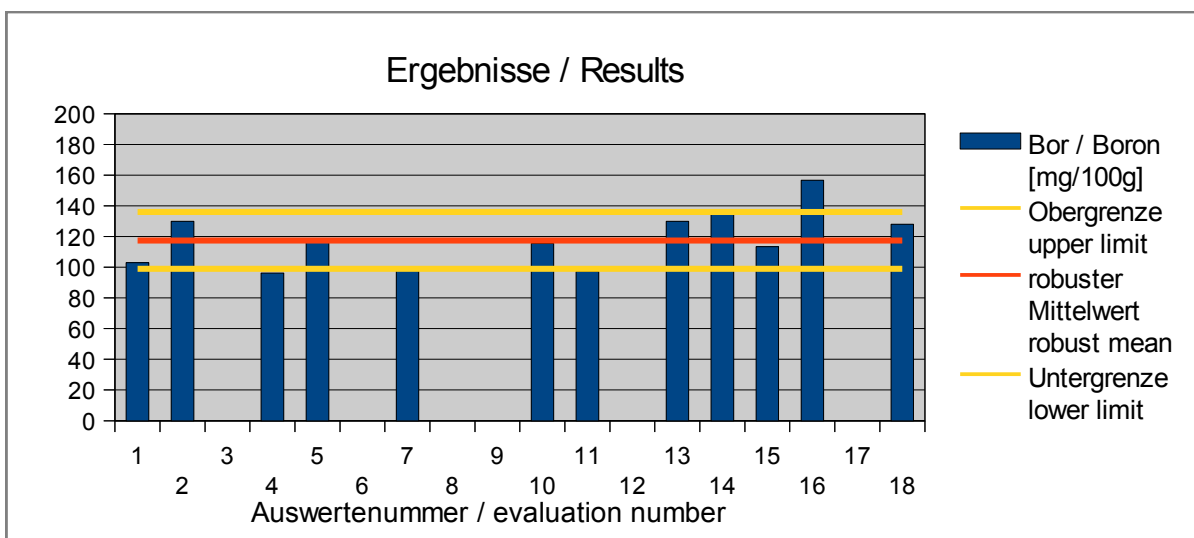


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Bor / Results Boron

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

Auswertenummer Evaluation number	Bor / Boron [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	103	-14,5	-1,6	
2	130	12,5	1,4	
3				
4	96,2	-21,3	-2,3	
5	118	0,00517	0,0	
6				
7	99,8	-17,7	-1,9	
8				
9				
10	115	-2,09	-0,23	
11	97,3	-20,2	-2,2	
12				
13	130	12,5	1,4	
14	134 *	16,9	1,8	
15	113	-4,09	-0,44	
16	157	39,3	4,2	
17				
18	128	10,5	1,1	

* Mittelwert von DLA berechnet

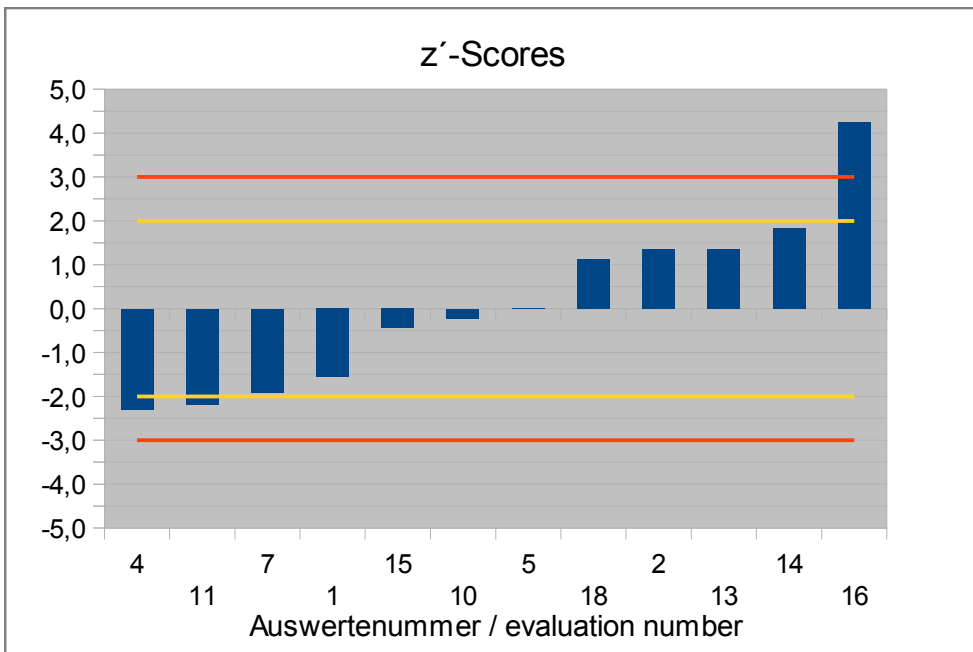


Abb. / Fig. 2: z'-Scores Bor / Boron

4.2 Calcium in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	8130
Median	8250
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8160
Robuste Standardabweichung (S^*)	524
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	128
Variationskoeffizient (VK_r)	1,58%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	403
Variationskoeffizient (VK_R)	4,95%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	286
Zielstandardabweichung (zur Information)	620
Untere Grenze des Zielbereichs	7590
Obere Grenze des Zielbereichs	8730
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	159
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,55
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	76%

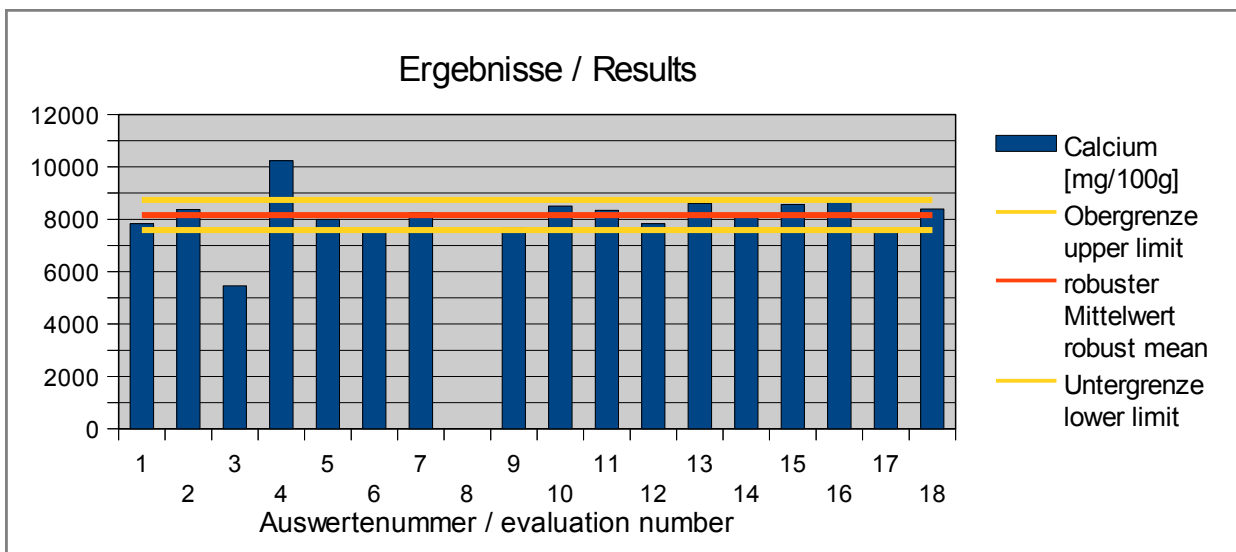


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Calcium / Results Calcium

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

Auswertenummer Evaluation number	Calcium [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	7829	-334	-1,2	-0,54	
2	8370	207	0,72	0,33	
3	5460	-2703	-9,4	-4,4	Ausreisser / Outlier
4	10232	2069	7,2	3,3	Ausreisser / Outlier
5	7990	-173	-0,60	-0,28	
6	7624	-539	-1,9	-0,87	
7	8249	86,5	0,30	0,14	
8					
9	7680	-483	-1,7	-0,78	
10	8501	338	1,2	0,55	
11	8346	183	0,64	0,30	
12	7836	-327	-1,1	-0,53	
13	8607	444	1,6	0,72	
14	8105	* -58,0	-0,20	-0,09	
15	8569	406	1,4	0,66	
16	8802	639	2,2	1,0	
17	7543	-620	-2,2	-1,0	
18	8389	226	0,79	0,37	

* Mittelwert von DLA berechnet

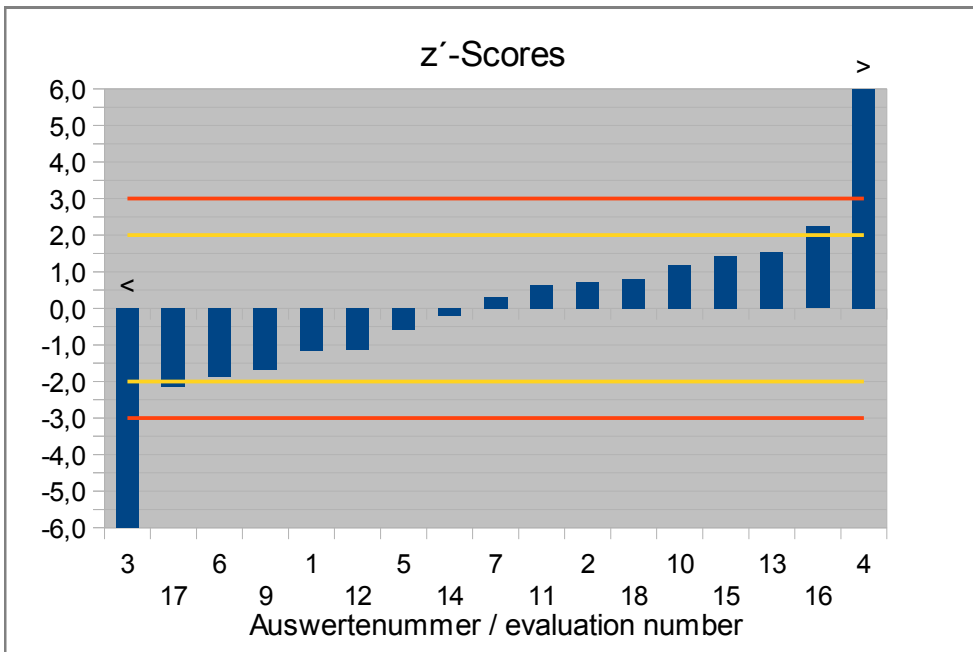


Abb. / Fig. 4: z'-Scores Calcium

4.3 Chrom / Chromium in µg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	19
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2110
Median	2230
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2100
Robuste Standardabweichung (S^*)	474
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	18
Wiederholstandardabweichung (S_r)	59,4
Variationskoeffizient (VK_r)	2,83%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	516
Variationskoeffizient (VK_R)	24,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	252
Zielstandardabweichung (zur Information)	384
Untere Grenze des Zielbereichs	1600
Obere Grenze des Zielbereichs	2600
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	136
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,54
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	79%

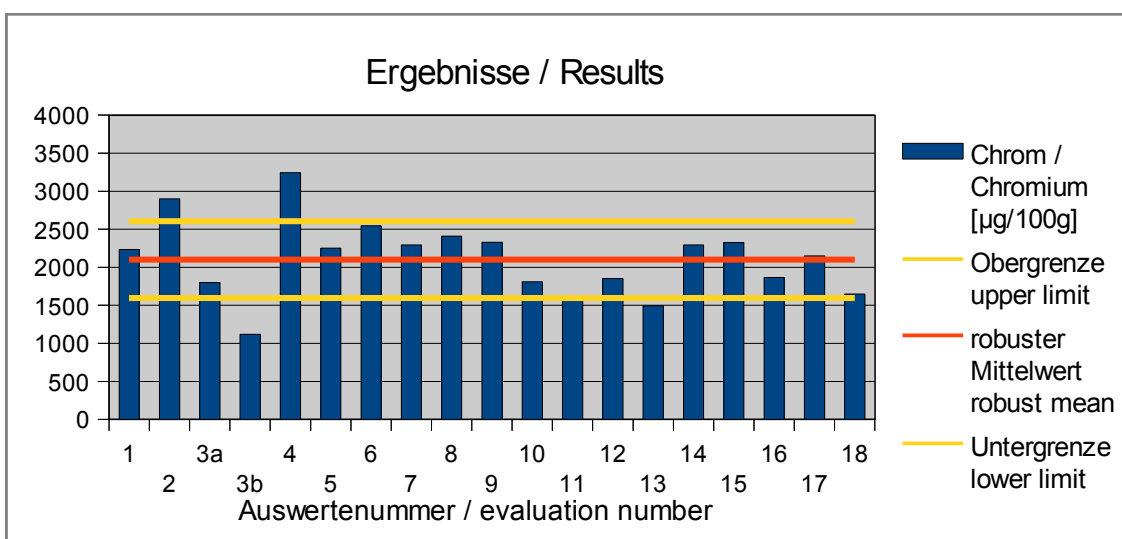


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Chrom / Results Chromium

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

Auswertenummer Evaluation number	Chrom / Chromium [µg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2233	133	0,53	0,35	
2	2900	800	3,2	2,1	
3a	1800	-300	-1,2	-0,78	
3b	1120	-980	-3,9	-2,6	
4	3243	1143	4,5	3,0	
5	2250	150	0,59	0,39	
6	2545	445	1,8	1,2	
7	2294	194	0,77	0,50	
8	2409	309	1,2	0,80	
9	2330	230	0,91	0,60	
10	1811	-289	-1,1	-0,75	
11	1598	-502	-2,0	-1,3	
12	1851	-249	-1,0	-0,65	
13	1495	-605	-2,4	-1,6	
14	2292 *	191	0,76	0,50	
15	2324	224	0,89	0,58	
16	1865	-235	-0,93	-0,61	
17	2149	48,6	0,19	0,13	
18	1650	-450,44	-1,8	-1,2	

* Mittelwert von DLA berechnet

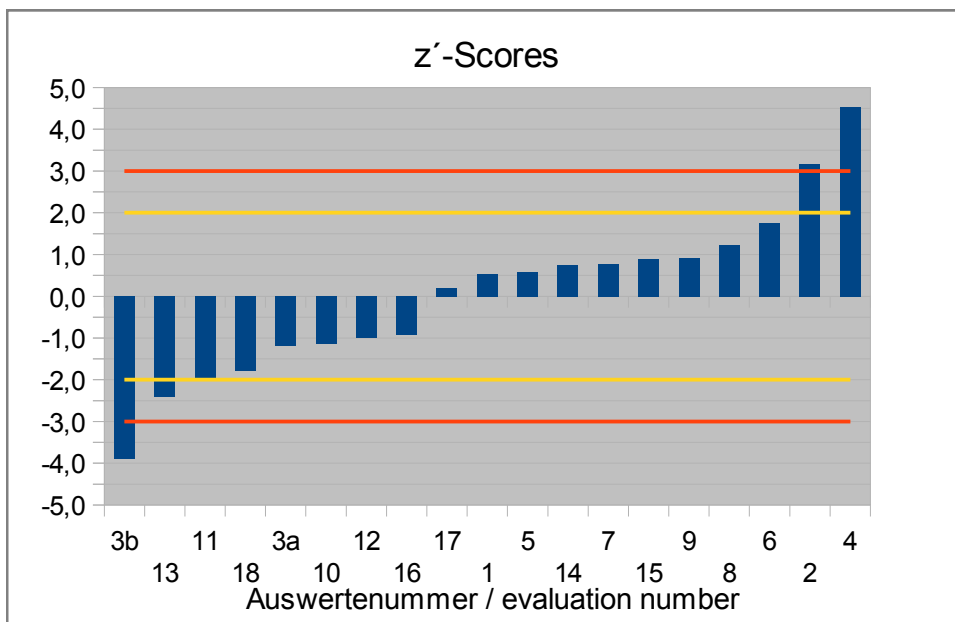


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Chrom / Chromium

4.4 Eisen /Iron in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	19
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	313
Median	324
Robuster Mittelwert (x_{pt})	320
Robuste Standardabweichung (S^*)	35,7
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	8,41
Variationskoeffizient (VK_r)	2,60%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	37,4
Variationskoeffizient (VK_R)	11,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	18,3
Zielstandardabweichung (zur Information)	21,5
Untere Grenze des Zielbereichs	283
Obere Grenze des Zielbereichs	357
Quotient S^*/σ_{pt}	1,95
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	10,2
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,56
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	68%

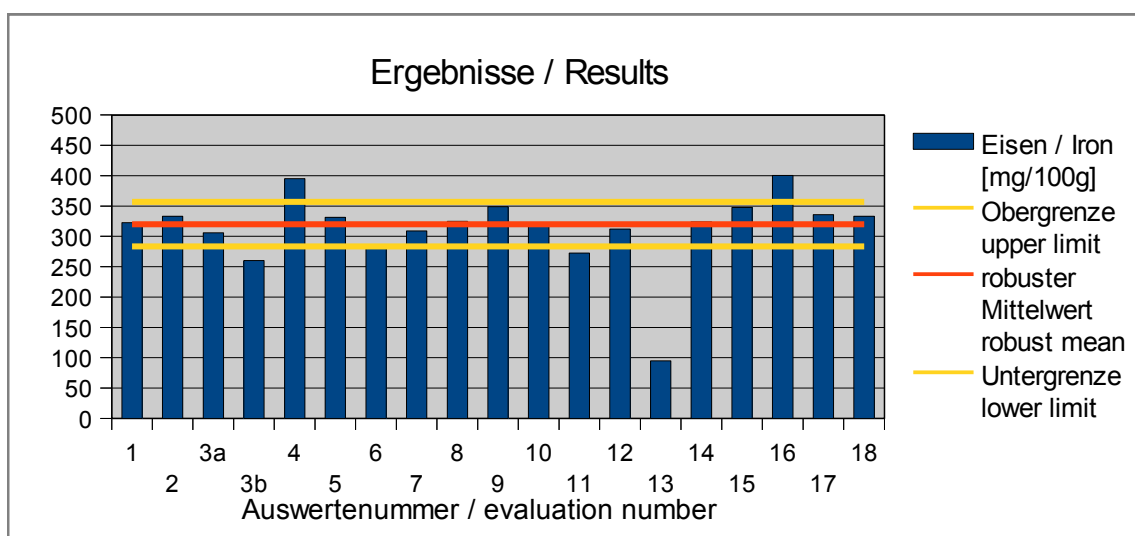


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Eisen / Results Iron

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

Auswertenummer Evaluation number	Eisen / Iron [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	323	2,48	0,14	0,12	
2	333	13,0	0,71	0,60	
3a	306	-14,0	-0,77	-0,65	
3b	260	-60,0	-3,3	-2,8	
4	395	75,1	4,1	3,5	
5	332	11,5	0,63	0,53	
6	281	-38,8	-2,1	-1,8	
7	309	-11,0	-0,60	-0,51	
8	325	4,48	0,24	0,21	
9	349	29,0	1,6	1,4	
10	319	-1,22	-0,07	-0,06	
11	272	-47,6	-2,6	-2,2	
12	312	-8,02	-0,44	-0,37	
13	95,0	-225	-12	-10	Ausreisser / Outlier
14	324 *	3,98	0,22	0,19	
15	348	27,5	1,5	1,3	
16	400	80,2	4,4	3,7	
17	336	15,9	0,87	0,74	
18	333	13,0	0,71	0,60	

* Mittelwert von DLA berechnet

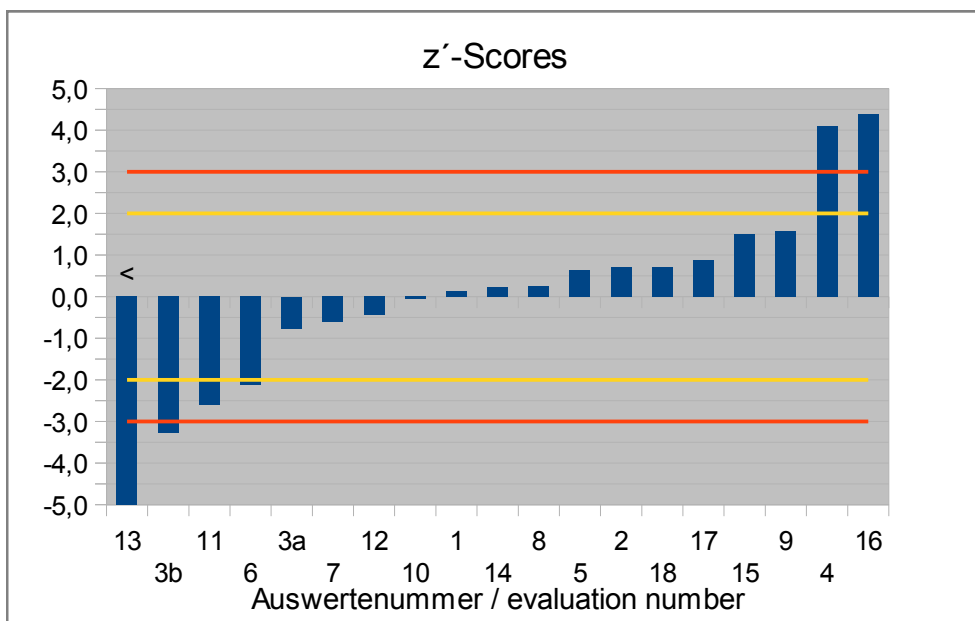


Abb. / Fig. 8: z'-Scores Eisen / Iron

4.5 Kalium / Potassium in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	5270
Median	5260
Robuster Mittelwert (x_{pt})	5340
Robuste Standardabweichung (S^*)	316
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	133
Variationskoeffizient (VK_r)	2,47%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	317
Variationskoeffizient (VK_R)	5,87%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	166
Zielstandardabweichung (zur Information)	249
Untere Grenze des Zielbereichs	5000
Obere Grenze des Zielbereichs	5670
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	98,8
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	75%

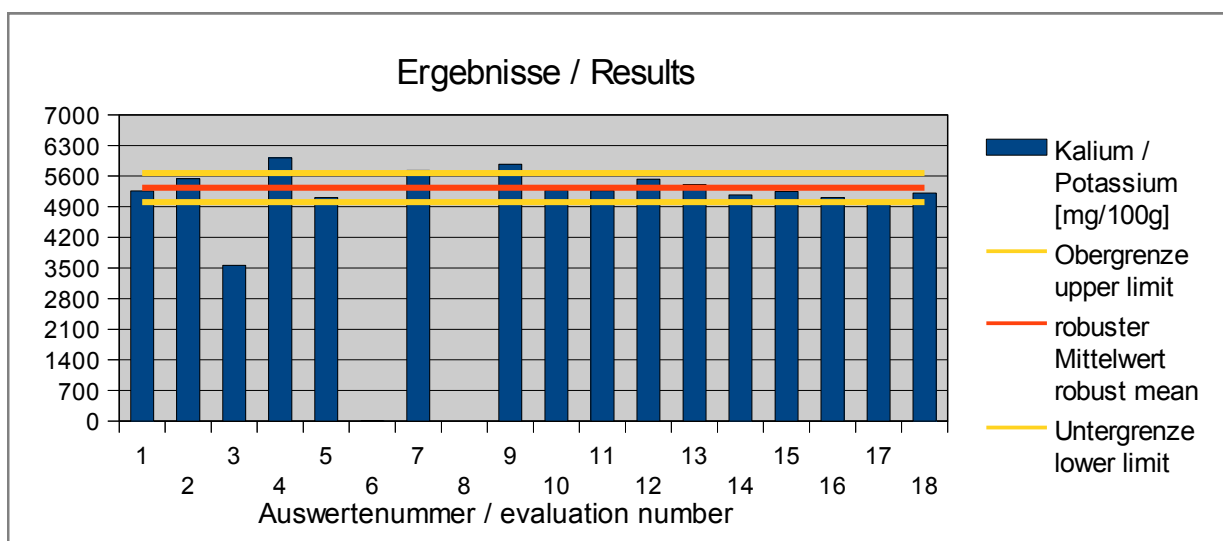


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Kalium / Results Potassium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Kalium / Potassium [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	5260	-77,3	-0,47	-0,31	
2	5540	203	1,2	0,82	
3	3560	-1777	-11	-7,1	Ausreisser / Outlier
4	6020	683	4,1	2,7	
5	5113	-224	-1,4	-0,90	
6	5,26				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
7	5731	394	2,4	1,6	
8					
9	5870	533	3,2	2,1	
10	5275	-61,8	-0,37	-0,25	
11	5267	-69,4	-0,42	-0,28	
12	5529	192	1,2	0,77	
13	5409	72,2	0,44	0,29	
14	5173 *	-164	-1,0	-0,66	
15	5248	-88,5	-0,53	-0,35	
16	5111	-226	-1,4	-0,91	
17	5035	-302	-1,8	-1,2	
18	5216	-121	-0,73	-0,48	

* Mittelwert von DLA berechnet

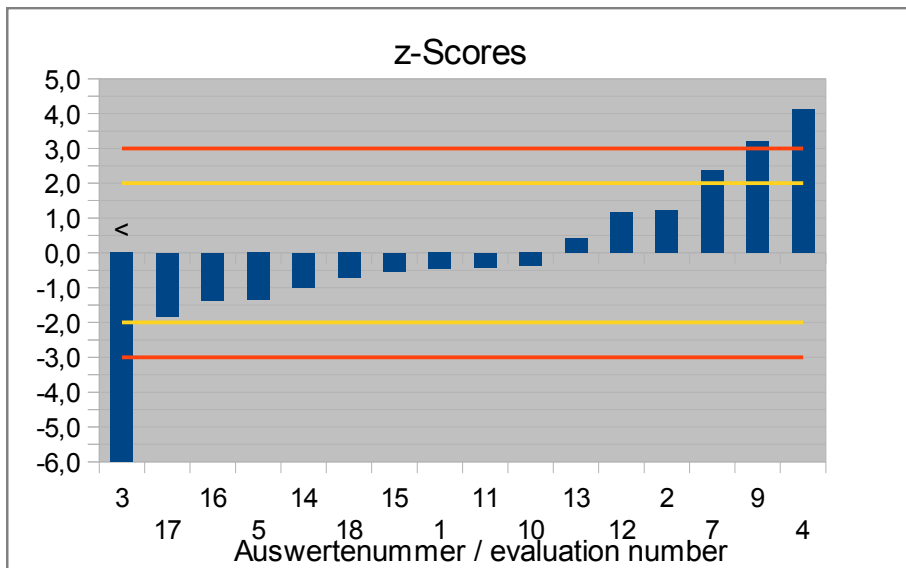


Abb. / Fig. 10: Z-Scores Kalium / Potassium

4.6 Kupfer / Copper in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	18
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	43,3
Median	43,8
Robuster Mittelwert (x_{pt})	43,2
Robuste Standardabweichung (S^*)	3,31
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,01
Variationskoeffizient (VK_r)	1,89%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	30,5
Variationskoeffizient (VK_R)	57,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	2,78
Zielstandardabweichung (zur Information)	4,60
Untere Grenze des Zielbereichs	37,7
Obere Grenze des Zielbereichs	48,8
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,976
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,35
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	89%

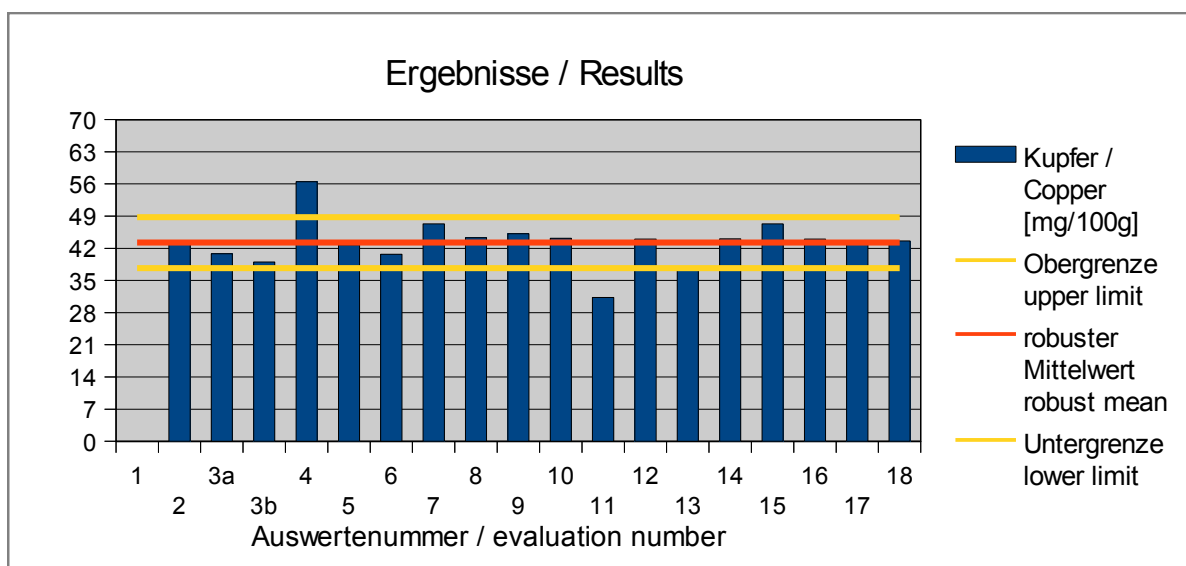


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Kupfer / Results Copper

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

Auswertenummer Evaluation number	Kupfer / Copper [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2	43,0	-0,240	-0,09	-0,05	
3a	40,8	-2,44	-0,88	-0,53	
3b	39,0	-4,24	-1,5	-0,92	
4	56,5	13,3	4,8	2,9	Ausreisser / Outlier
5	42,8	-0,490	-0,18	-0,11	
6	40,7	-2,54	-0,92	-0,55	
7	47,3	4,06	1,5	0,88	
8	44,3	1,06	0,38	0,23	
9	45,2	1,96	0,71	0,43	
10	44,2	0,960	0,35	0,21	
11	31,3	-11,9	-4,3	-2,6	Ausreisser / Outlier
12	44,0	0,760	0,27	0,17	
13	37,8	-5,44	-2,0	-1,2	
14	44,1 *	0,810	0,29	0,18	
15	47,3	4,06	1,5	0,88	
16	44,0	0,760	0,27	0,17	
17	43,4	0,110	0,040	0,024	
18	43,6	0,360	0,13	0,08	

* Mittelwert von DLA berechnet

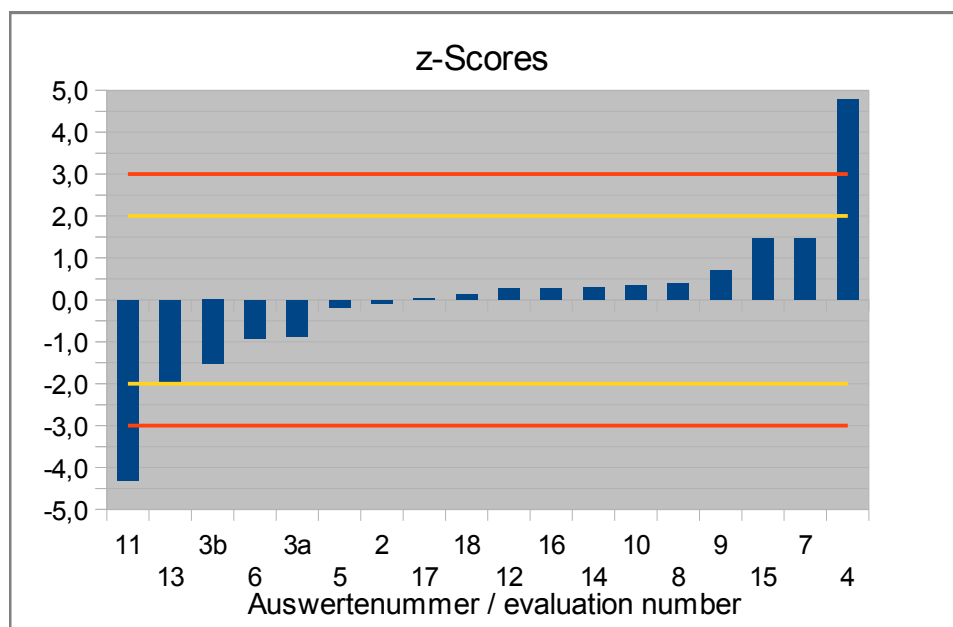


Abb. / Fig. 12: z-Scores Kupfer / Copper

4.7 Magnesium in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	4930
Median	4810
Robuster Mittelwert (x_{pt})	4850
Robuste Standardabweichung (S^*)	366
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	85,2
Variationskoeffizient (VK_r)	1,77%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	336
Variationskoeffizient (VK_R)	6,98%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	191
Zielstandardabweichung (zur Information)	340
Untere Grenze des Zielbereichs	4470
Obere Grenze des Zielbereichs	5230
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	114
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	69%

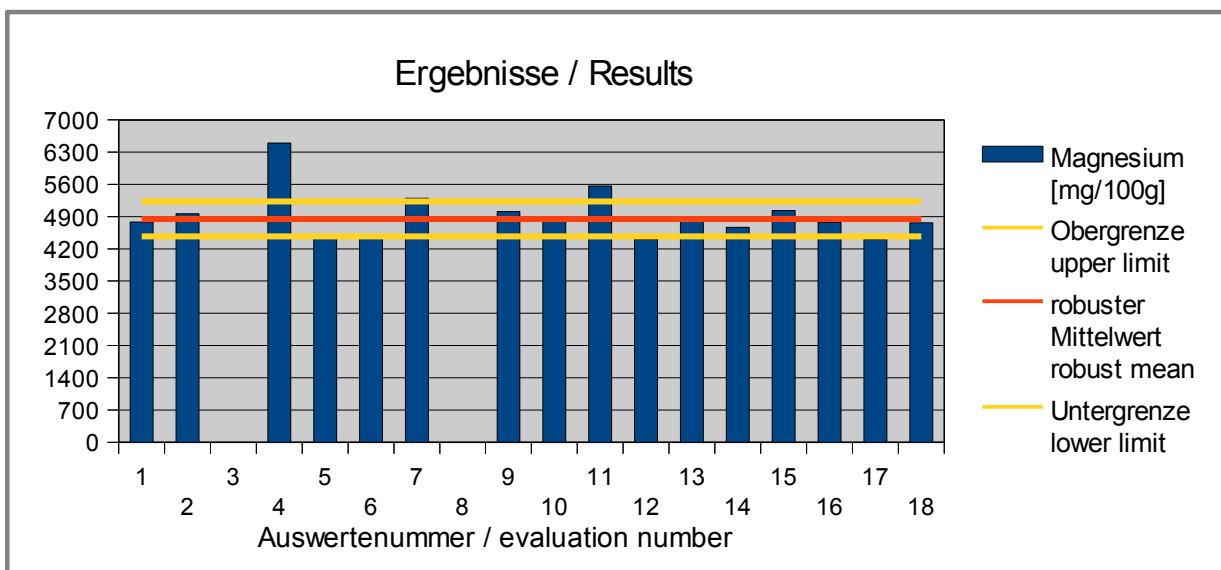


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Magnesium / Results Magnesium

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

Auswertenummer Evaluation number	Magnesium [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4783	-66,1	-0,35	-0,19	
2	4960	111	0,58	0,33	
3					
4	6495	1645	8,6	4,8	Ausreisser / Outlier
5	4507	-342	-1,8	-1,0	
6	4488	-361	-1,9	-1,1	
7	5300	451	2,4	1,3	
8					
9	5010	161	0,84	0,47	
10	4834	-15,1	-0,08	-0,044	
11	5565	716	3,7	2,1	
12	4406	-443	-2,3	-1,3	
13	4844	-5,06	-0,026	-0,015	
14	4670 *	-180	-0,94	-0,53	
15	5033	184	1,0	0,54	
16	4777	-72,0	-0,38	-0,21	
17	4410	-439	-2,3	-1,3	
18	4768	-81,1	-0,42	-0,24	

* Mittelwert von DLA berechnet

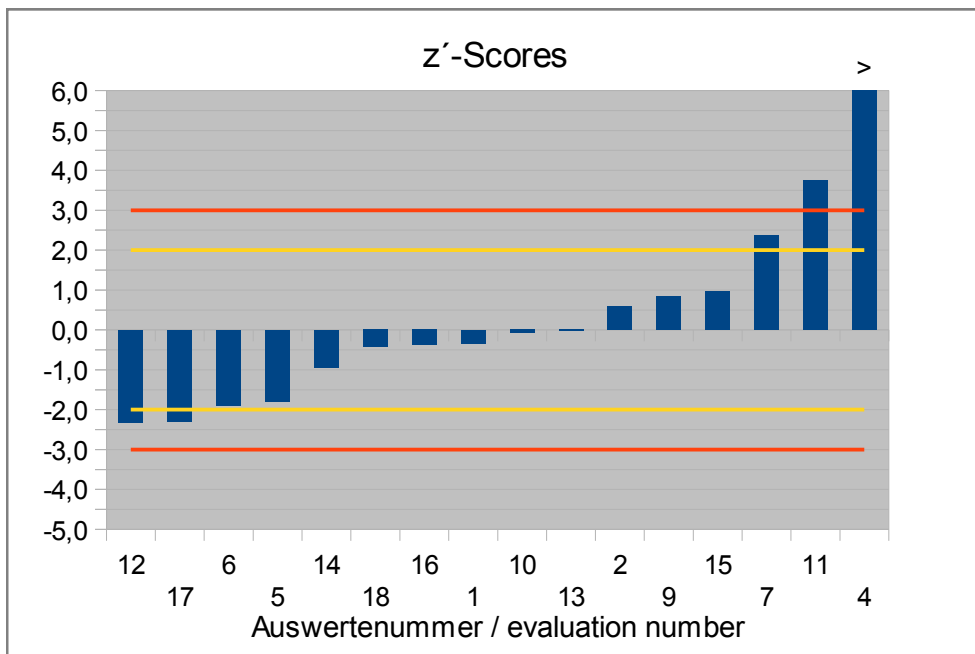


Abb. / Fig. 14: z'-Scores Magnesium

4.8 Mangan / Manganese in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	17
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	67,5
Median	68,2
Robuster Mittelwert (X_{pt})	67,8
Robuste Standardabweichung (S^*)	7,39
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,49
Variationskoeffizient (VK_r)	2,28%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	8,40
Variationskoeffizient (VK_R)	12,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	4,07
Zielstandardabweichung (zur Information)	9,02
Untere Grenze des Zielbereichs	59,7
Obere Grenze des Zielbereichs	76,0
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	2,24
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,55
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	76%

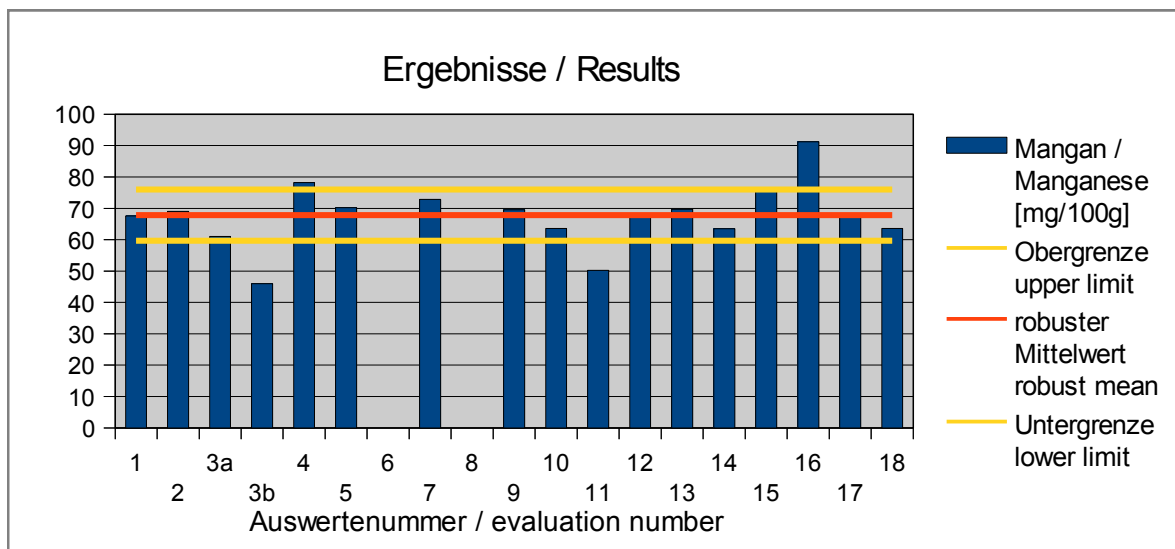


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse Mangan / Results Manganese

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

Auswertenummer Evaluation number	Mangan / Manganese [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	67,6	-0,286	-0,070	-0,032	
2	69,0	1,16	0,29	0,13	
3a	61,0	-6,84	-1,7	-0,76	
3b	46,0	-21,8	-5,4	-2,4	
4	78,2	10,4	2,6	1,2	
5	70,3	2,41	0,59	0,27	
6					
7	72,9	5,06	1,2	0,56	
8					
9	69,5	1,66	0,41	0,18	
10	63,6	-4,28	-1,1	-0,47	
11	50,2	-17,6	-4,3	-2,0	
12	68,0	0,164	0,040	0,018	
13	69,8	1,91	0,47	0,21	
14	63,5 *	-4,34	-1,1	-0,48	
15	75,7	7,86	1,9	0,87	
16	91,3	23,4	5,8	2,6	Ausreisser / Outlier
17	68,2	0,404	0,10	0,045	
18	63,6	-4,24	-1,0	-0,47	

* Mittelwert von DLA berechnet

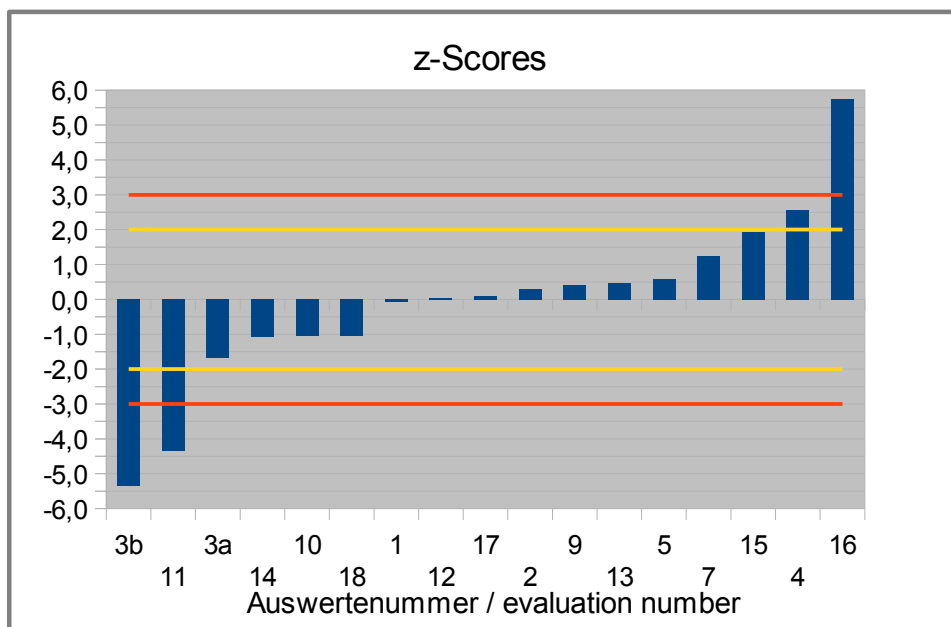


Abb. / Fig. 16: z-Scores Mangan / Manganese

4.9 Molybdän / Molybdenum in µg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	1270
Median	1200
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1210
Robuste Standardabweichung (S^*)	248
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	49,1
Variationskoeffizient (VK_r)	4,12%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	296
Variationskoeffizient (VK_R)	24,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	133
Zielstandardabweichung (zur Information)	248
Untere Grenze des Zielbereichs	946
Obere Grenze des Zielbereichs	1480
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	80,1
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	67%

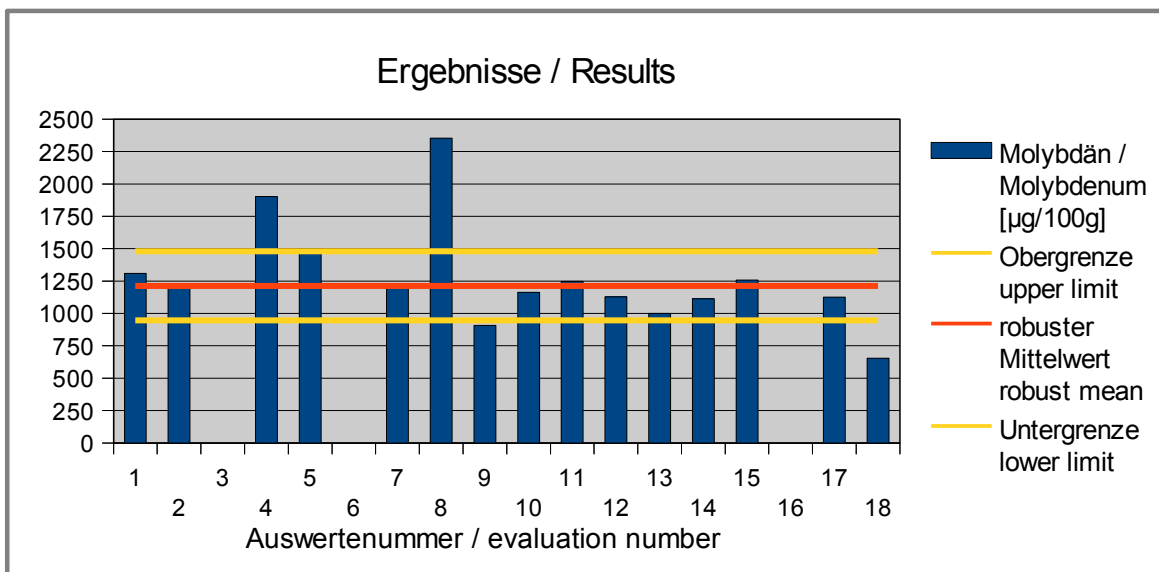


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Molybdän / Results Molybdenum

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Molybdän / Molybdenum [µg/100g]	Abweichung [µg/100g] Deviation [µg/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1310	97,5	0,73	0,39	
2	1200	-12,5	-0,094	-0,050	
3					
4	1901	689	5,2	2,8	
5	1500	288	2,2	1,2	
6					
7	1230	17,5	0,13	0,071	
8	2353	1141	8,6	4,6	Ausreisser / Outlier
9	907	-305	-2,3	-1,2	
10	1162	-50,5	-0,38	-0,20	
11	1248	35,1	0,26	0,14	
12	1129	-83,5	-0,63	-0,34	
13	999	-213	-1,6	-0,86	
14	1115 *	-98,0	-0,74	-0,39	
15	1257	44,5	0,33	0,18	
16					
17	1126	-86,5	-0,65	-0,35	
18	655	-557,5	-4,2	-2,2	

* Mittelwert von DLA berechnet

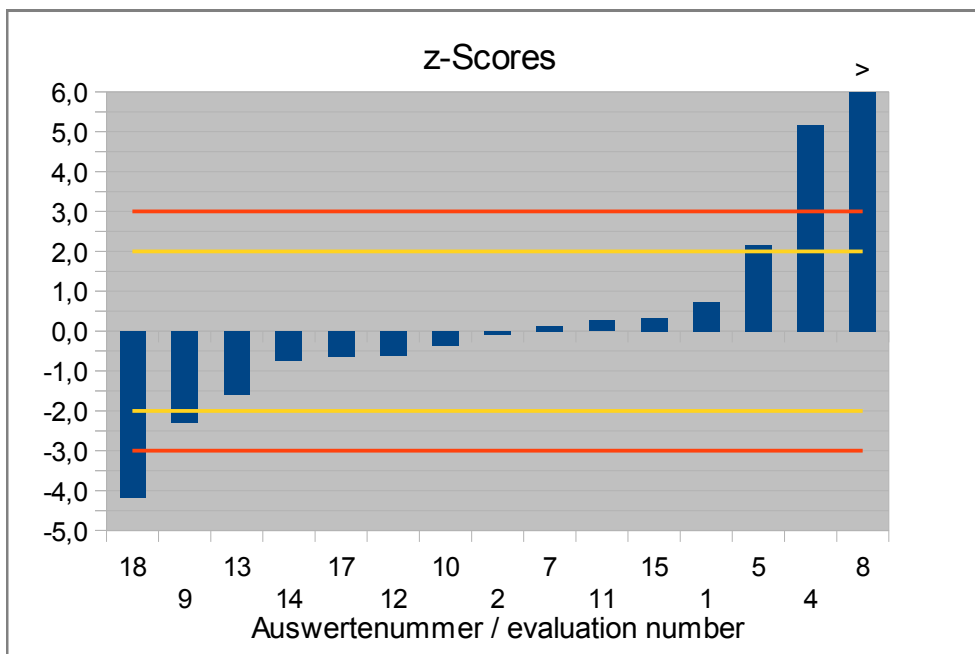


Abb. / Fig. 18: z-Scores Molybdän / Molybdenum

4.10 Phosphor / Phosphorus in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	5380
Median	5230
Robuster Mittelwert (x_{pt})	5320
Robuste Standardabweichung (S^*)	272
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	71,8
Variationskoeffizient (VK_r)	1,35%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	286
Variationskoeffizient (VK_R)	5,40%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	165
Zielstandardabweichung (zur Information)	398
Untere Grenze des Zielbereichs	4990
Obere Grenze des Zielbereichs	5650
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	94,2
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,57
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

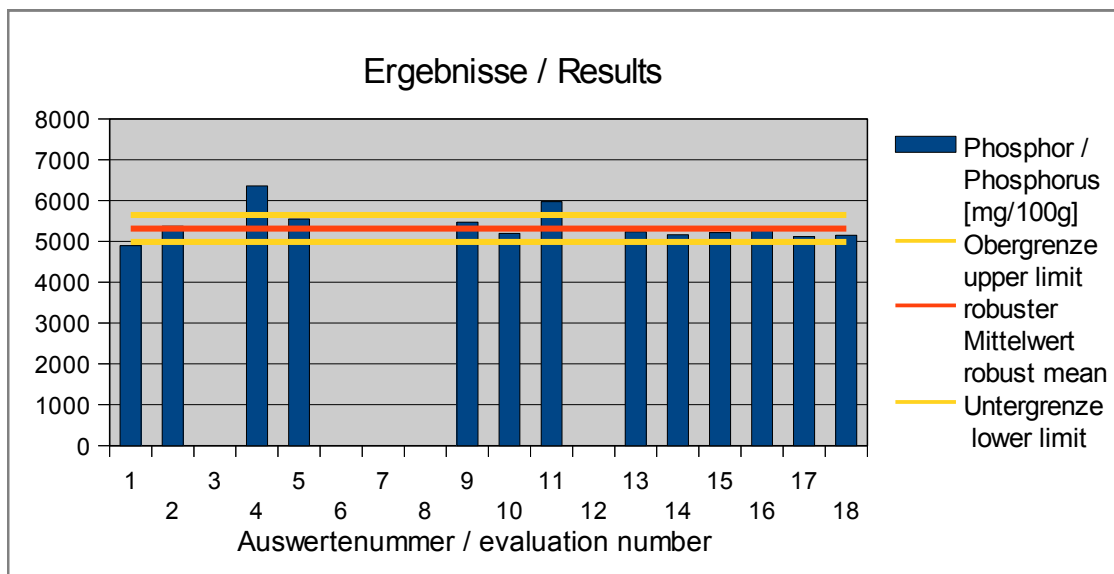


Abb. / Fig. 19: Ergebnisse Phosphor / Results Phosphorus

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Phosphor / Phosphorus [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4895	-421	-2,5	-1,1	
2	5370	54,0	0,33	0,14	
3					
4	6361	1045	6,3	2,6	Ausreisser / Outlier
5	5546	230	1,4	0,58	
6					
7					
8					
9	5470	154	0,93	0,39	
10	5194	-122	-0,74	-0,31	
11	5970	654	4,0	1,6	
12					
13	5233	-83,0	-0,50	-0,21	
14	5161 *	-155	-0,94	-0,39	
15	5213	-103	-0,62	-0,26	
16	5300	-15,9	-0,10	-0,040	
17	5120	-196	-1,2	-0,49	
18	5152	-164	-1,0	-0,41	

* Mittelwert von DLA berechnet

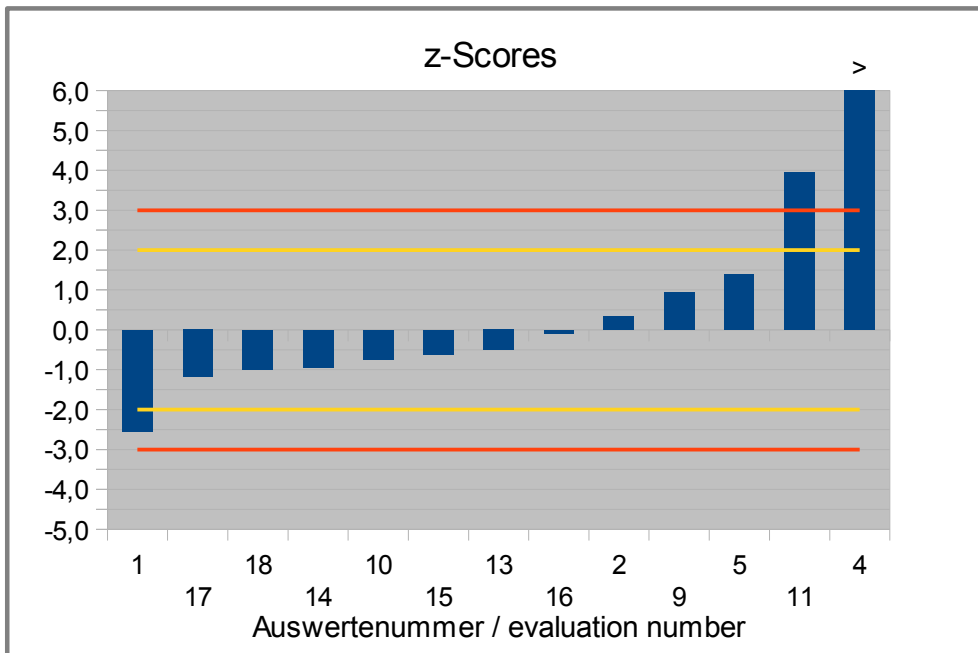


Abb. / Fig. 20: z-Scores Phosphor / Phosphorus

4.11 Selen / Selenium in µg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	19
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2180
Median	2050
Robuster Mittelwert (x_{pt})	2090
Robuste Standardabweichung (S^*)	434
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	73,9
Variationskoeffizient (VK_r)	3,52%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	481
Variationskoeffizient (VK_R)	22,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	246
Zielstandardabweichung (zur Information)	153
Untere Grenze des Zielbereichs	1600
Obere Grenze des Zielbereichs	2580
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	125
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,51
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	74%

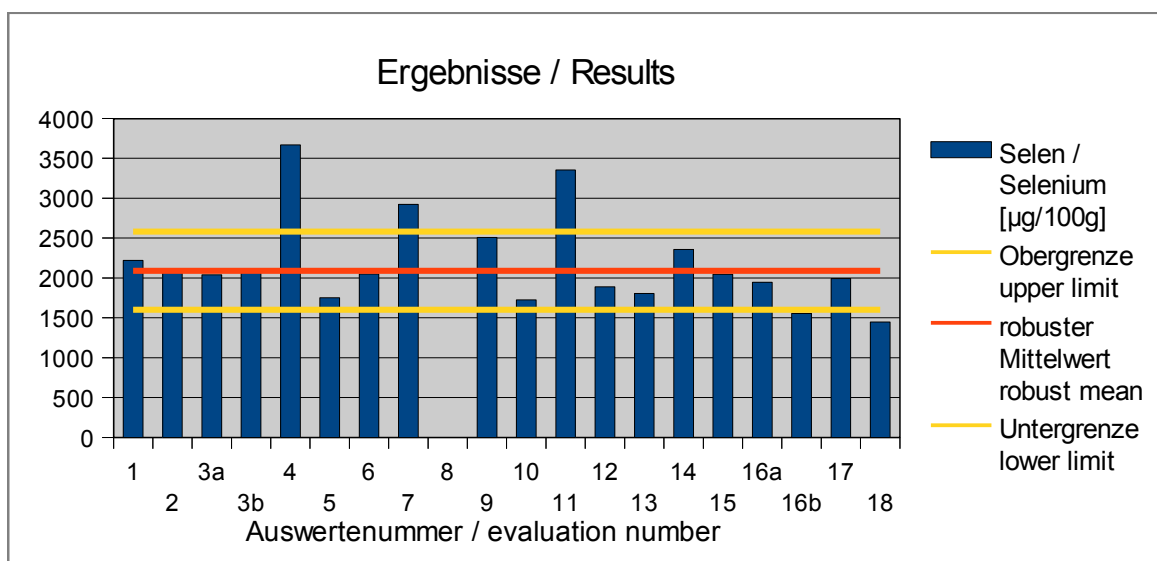


Abb. / Fig. 21: Ergebnisse Selen / Results Selenium

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

Auswertenummer Evaluation number	Selen / Selenium [µg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2220	129	0,53	0,84	
2	2100	9,11	0,037	0,060	
3a	2040	-50,9	-0,21	-0,33	
3b	2070	-20,9	-0,085	-0,14	
4	3669	1578	6,4	10,3	Ausreisser / Outlier
5	1750	-341	-1,4	-2,2	
6	2050	-40,9	-0,17	-0,27	
7	2923	832	3,4	5,4	
8					
9	2510	419	1,7	2,7	
10	1725	-366	-1,5	-2,4	
11	3353	1262	5,1	8,3	
12	1889	-202	-0,82	-1,3	
13	1805	-286	-1,2	-1,9	
14	2359 *	268	1,1	1,7	
15	2047	-43,9	-0,18	-0,29	
16a	1947	-144	-0,59	-0,94	
16b	1555	-535	-2,2	-3,5	
17	1993	-97,9	-0,40	-0,64	
18	1447	-644	-2,6	-4,2	

* Mittelwert von DLA berechnet

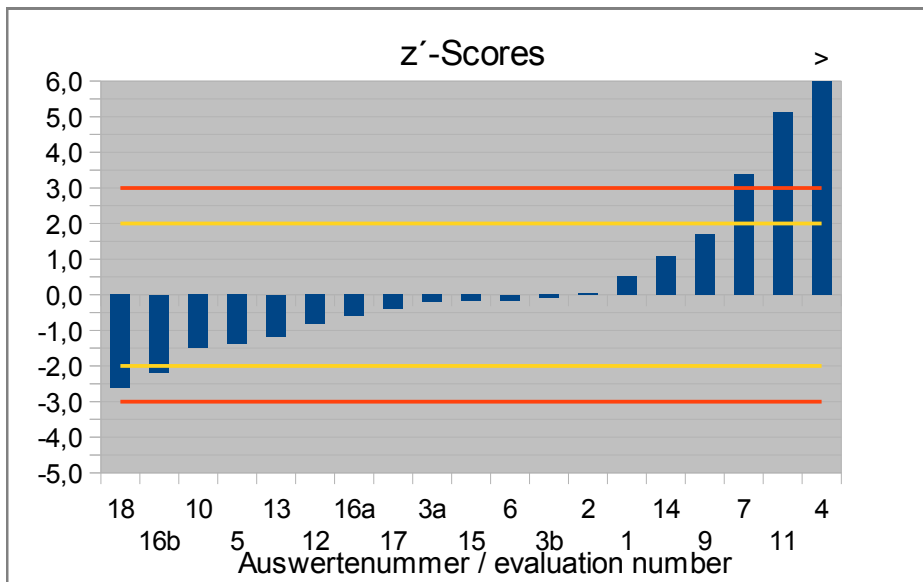


Abb. / Fig. 22: z'-Scores Selen / Selenium

4.12 Zink / Zinc in mg/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	19
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	295
Median	292
Robuster Mittelwert (X_{pt})	296
Robuste Standardabweichung (S^*)	14,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	16
Wiederholstandardabweichung (S_r)	6,76
Variationskoeffizient (VK_r)	2,28%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	15,2
Variationskoeffizient (VK_R)	5,14%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	14,2
Zielstandardabweichung (zur Information)	19,6
Untere Grenze des Zielbereichs	267
Obere Grenze des Zielbereichs	324
Quotient S^*/σ_{pt}	1,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	4,11
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,29
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	84%

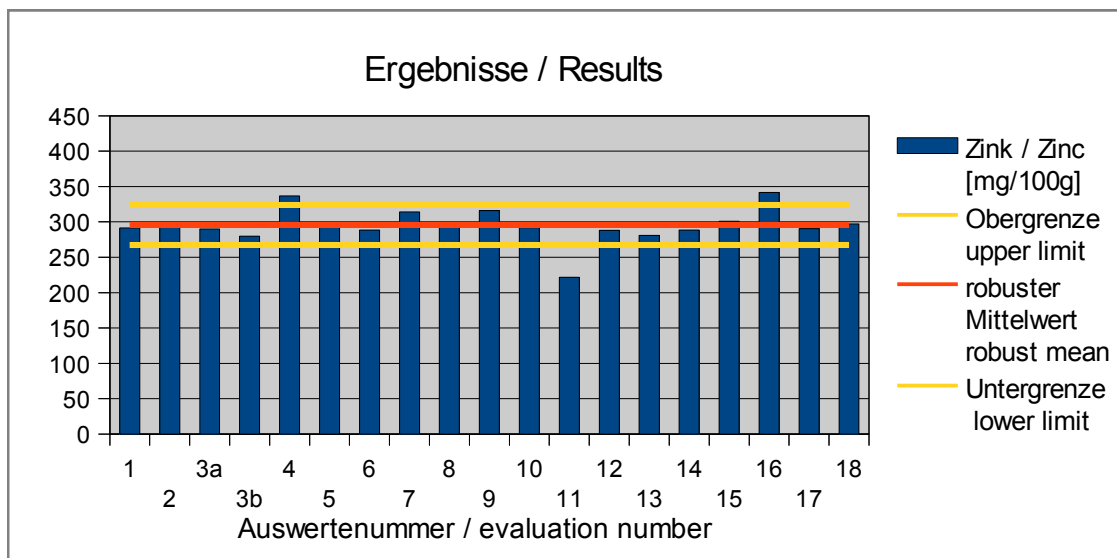


Abb. / Fig. 23: Ergebnisse Zink / Results Zinc

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

Auswertenummer Evaluation number	Zink / Zinc [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	292	-4,14	-0,29	-0,21	
2	299	3,36	0,24	0,17	
3a	290	-5,64	-0,40	-0,29	
3b	280	-15,6	-1,1	-0,80	
4	337	41,2	2,9	2,1	
5	295	-1,14	-0,08	-0,06	
6	289	-7,14	-0,50	-0,36	
7	314	18,4	1,3	0,94	
8	298	2,26	0,16	0,12	
9	316	20,4	1,4	1,0	
10	292	-3,74	-0,26	-0,19	
11	222	-74,0	-5,2	-3,8	Ausreisser / Outlier
12	288	-7,64	-0,54	-0,39	
13	281	-14,6	-1,0	-0,75	
14	289 *	-7,04	-0,50	-0,36	
15	301	5,16	0,36	0,26	
16	342	46,1	3,2	2,3	Ausreisser / Outlier
17	290	-5,44	-0,38	-0,28	
18	297	1,36	0,10	0,07	

* Mittelwert von DLA berechnet

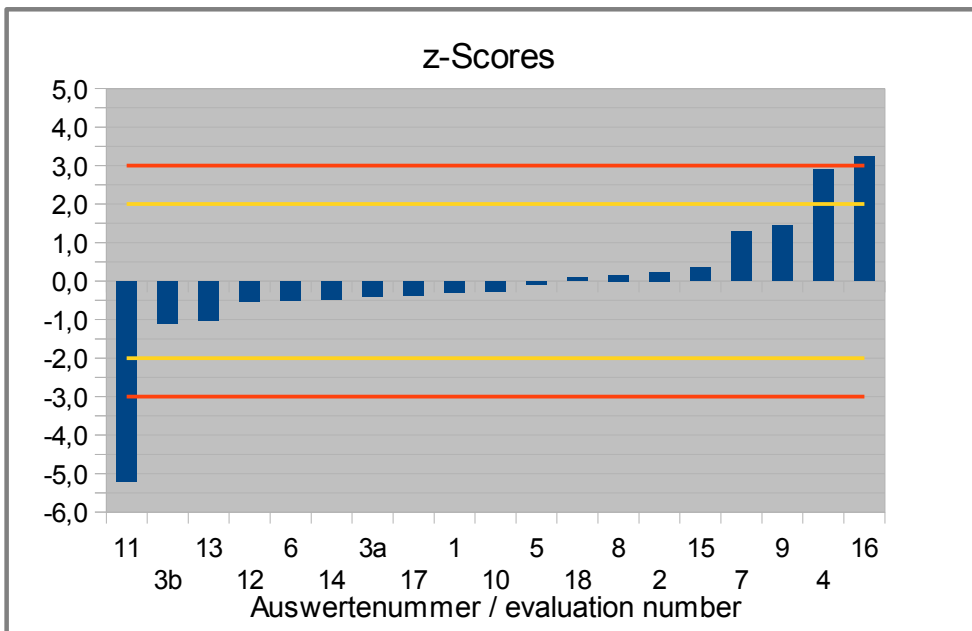


Abb. / Fig. 24: Z-Scores Zink / Zinc

5. Dokumentation

Hinweis: Angaben in englischer Sprache wurden von DLA nach bestem Wissen ins Deutsche übersetzt (ohne Gewähr der Richtigkeit).

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Bor / Boron	1	mg/100g	59	37	19.07.17	103	105	101	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	15.06.17	130	130	130	0,02	nein	
	3	mg/100g									
	4	mg/100g	12	84	02.08.17	96,2	97	95,4	0,1 mg/100g	nein	97,7
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	117,5	115	120	5		
	6	mg/100g									
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	99,8	103	96,6		nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g									
	10	mg/100g	43	53	20.07.17	115,4	116,38	114,4	2,5	nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	97,26	95,84	98,68			
	12	mg/100g									
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	130	129	131	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	133,5	135,3	0,05	nein	-
	15	mg/100g	32	64		113,4				Nein	
	16	mg/100g	33	63	12.06.17	156,75	157,4	156,1	12,73 µg/L	Ja	78,50%
	17	mg/100g				-	-	-			
	18	mg/100g	30	66	05.07.17	128	125	130	0,4	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Calcium	1	mg/100g	59	37	19.07.17	7829	7928	7730	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	15.06.17	8370	8370	8370	5	Nein	
	3	mg/100g	34	62	17.07.17	5460	5450	5470		nein	
	4	mg/100g	12	84	13.07.17	10232	10242	10222	8,0 mg/100g	ja	82,9
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	7990	7930	8050	10		
	6	mg/100g	11	85	26.07.17	7623,5	7560,9	7686,2	1000	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	8249	8157	8340		nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	31	65	27.07.	7680	7493	7865	8	nein	89,5
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	8501	8612	8391	2,3	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	8345,66	8259,42	8431,89			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	7836	7822	7850		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	8607	8635	8579	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	8135	8074	0,01	nein	-
	15	mg/100g	32	64		8568,8				Nein	
	16	mg/100g	33	63	22.06.17	8801,75	8758,1	8845,4	0,172 mg/L	Nein	106%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	7543	7394	7691	0,1	ja	113
	18	mg/100g	30	66	05.07.17	8389	8293	8485	4	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Chrom / Chromium	1	µg/100g	59	37	19.07.17	2233	2276	2190	5ppb		
	2	µg/100g	19	77	04.08.17	2900	2900	2900	30	Nein	
	3a	µg/100g	34	62	17.07.17	1800	1730	1870		nein	
	3b	µg/100g	34	62	02.08.17	1120	1170	1060		nein	
	4	µg/100g	12	84	21.06.17	3243	3217	3269	0,1 mg/100g	nein	103,2
	5	µg/100g	40	56	25.07.17	2250	2300	2200	100		
	6	µg/100g	11	85	20.07.17	2545	2530	2560	10	nein	80-120
	7	µg/100g	18	78	23.06.17	2294	2387	2201		nein	
	8	µg/100g	29	67	31.07.17	2409	2379	2438		Nein	
	9	µg/100g	31	65	27.07.	2330	2260	2393	100	nein	115,1
	10	µg/100g	43	53	17.07.17	1811	1858	1765	25	Nein	n.a.
	11	µg/100g	21	75	17.07.17	1598,30	1587,30	1609,30			
	12	µg/100g	23	73	30.06.17	1851	1853	1849		nein	
	13	µg/100g	28	68	05.07.17	1495	1470	1520	5	nein	
	14	µg/100g	42	54	11.01.00	ja	2291	2292	100	nein	-
	15	µg/100g	32	64		2324				Nein	
	16	µg/100g	33	63	09.06.17	1865,4	1852,45	1878,35	10,76 µg/L	Nein	102,20%
	17	µg/100g	7	89	13.06.17	2149	2117	2180	1	ja	99
18	µg/100g	30	66	05.07.17	1650	1627	1672	0,4	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Kupfer / Copper	1	mg/100g	59	37	19.07.17				5ppb		
	2	mg/100g	19	77	04.08.17	43	44	43	0,2	Nein	
	3a	mg/100g	34	62	17.07.17	40,8	40,3	41,2		nein	
	3b	mg/100g	34	62	02.08.17	39	39	39		nein	
	4	mg/100g	21	84	23.06.17	56,5	57,26	55,74		ja	119,3
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	42,75	42	43,5	0,55		
	6	mg/100g	11	85	12.07.17	40,7	41,3	40,1	0,01	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	47,3	48,5	46		nein	
	8	mg/100g	29	67	31.07.17	44,3	44,3	44,3		Nein	
	9	mg/100g	31	65	27.07.	45,2	44,5	45,8	0,1	nein	103,4
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	44,20	44,58	43,83	0,1	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	31,31	30,99	31,62			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	44	44	44		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	37,8	37,7	37,8	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	43,6	44,5	0,05	nein	-
	15	mg/100g	32	64		47,3				Nein	
	16	mg/100g	33	63	09.06.17	44	43,8	44,2	21,16 µg/L	Nein	107,80%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	43,35	42,69	44,01	0	ja	98
18	mg/100g	30	66	05.07.17	43,6	43,6	43,5	0,4	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
Eisen / Iron	1	mg/100g	59	37	19.07.17	322,5	325	320	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	04.08.17	333	326	340	0,2	Nein	
	3a	mg/100g	34	62	17.07.17	306	301	310		nein	
	3b	mg/100g	34	62	02.08.17	260	260	250		nein	
	4	mg/100g	12	84	23.06.17	395,1	400,4	389,8	0,1 mg/100g	nein	99,6
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	331,5	325	338	5		
	6	mg/100g	11	85	05.07.17	281,2	280,7	281,6	0	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	309	315	302		nein	
	8	mg/100g	29	67	31.07.17	324,5	320,8	328,2		Nein	
	9	mg/100g	31	65	27.07.	349	347	351	0,05	nein	86,1
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	318,8	321,6	316,0	0,5	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	272,46	283,93	260,99			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	312	313	314		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	95	91,1	98,9	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	322,5	325,5	0,03	nein	-
	15	mg/100g	32	64		347,5				Nein	
	16	mg/100g	33	63	13.06.17	400,25	407,2	393,3	21,06 µg/L	Nein	107,90%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	335,9	329,9	341,9	0,01	ja	95
18	mg/100g	30	66	05.07.17	333	321	345	4	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LÖQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Kalium / Potassium	1	mg/100g	59	37	19.07.17	5259,5	5167	5352	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	15.06.17	5540	5540	5540	5	Nein	
	3	mg/100g	34	62	17.07.17	3560	3500	3620		nein	
	4	mg/100g	12	84	23.06.17	6019,5	6040	5999	6,9 mg/100g	nein	97,9
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	5112,5	5050	5175	20		
	6	mg/100g	11	85	27.07.17	5,26	5,17	5,34	0,01	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	5731	5897	5565		nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	31	65	27.07.	5870	5942	5798	5	nein	98,6
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	5275	5257	5292	3,6	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	5267,40	5396,61	5138,18			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	5529	5509	5549		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	5409	5436	5382	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	5170	5175	1	nein	-
	15	mg/100g	32	64		5248,3				Nein	
	16	mg/100g	33	63	06.07.17	5111	4929,1	5292,9	0,83mg/L	Nein	99,95
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	5035	4903	5166	0,1	ja	106
	18	mg/100g	30	66	05.07.17	5216	5115	5316	40	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Magnesium	1	mg/100g	59	37	19.07.17	4783	4838	4728	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	15.06.17	4960	4960	4960	5	Nein	
	3	mg/100g									
	4	mg/100g	12	84	21.06.17	6494,5	6613	6376	9,1 mg/100g	nein	98,8
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	4507	4550	4464	10		
	6	mg/100g	11	85	26.07.17	4488	4477,6	4498,4	1000	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	5300	5466	5134		nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	31	65	27.07.	5010	4973	5054	5	nein	96,5
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	4834	4895	4774	1,8	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	5564,73	5625,02	5504,43			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	4406	4439	4373		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	4844	4837	4850	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	4683	4656	0,1	nein	-
	15	mg/100g	32	64		5032,7				Nein	
	16	mg/100g	33	63	22.06.17	4777,1	4831,9	4722,3	0,01 mg/L	Nein	100,30%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	4410	4339	4480	0,01	ja	105
	18	mg/100g	30	66	05.07.17	4768	4761	4775	4	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Mangan / Manganese	1	mg/100g	59	37	19.07.17	67,55	68,6	66,5	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	04.08.17	69	68	71	0,03	Nein	
	3a	mg/100g	34	62	17.07.17	61	61	61		nein	
	3b	mg/100g	34	62	02.08.17	46	47	44		nein	
	4	mg/100g	12	84	13.07.17	78,24	78,58	77,9	0,1 mg/100g	nein	95,2
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	70,25	70,9	69,6	1		
	6	mg/100g									
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	72,9	75,5	70,2		nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	31	65	27.07.	69,5	68,3	70,7	0,05	nein	92,3
	10	mg/100g	43	53	17.07.17	63,56	63,56	63,55	0,03	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	50,19	50,61	49,77			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	68	68	68		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	69,75	69,8	69,7	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	63,3	63,7	0,02	nein	-
	15	mg/100g	32	64		75,7				Nein	
	16	mg/100g	33	63	13.06.17	91,25	91,9	90,6	7,06 µg/L	Nein	107,80%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	68,24	68,94	67,54	0	ja	99
18	mg/100g	30	66	05.07.17	63,6	62,4	64,8	0,4	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Molybdän / Molybdenum	1	µg/100g	59	37	20.07.17	1310	1330	1290	5ppb		
	2	µg/100g	19	77	15.06.17	1200	1200	1200	20	Nein	
	3	µg/100g									
	4	µg/100g	12	84	13.07.17	1901	1893	1909	0,2 mg/100g	ja	72
	5	µg/100g	40	56	25.07.17	1500	1400	1600	100		
	6	µg/100g									
	7	µg/100g	18	78	23.06.17	1230	1290	1170		nein	
	8	µg/100g	29	67	31.07.17	2353	2391	2314		Nein	
	9	µg/100g	31	65	27.07.	907	907	907	100	nein	107,6
	10	µg/100g	43	53	17.07.17	1162	1194	1131	25	Nein	n.a.
	11	µg/100g	21	75	17.07.17	1247,55	1252,80	1242,30			
	12	µg/100g	23	73	30.06.17	1129	1110	1148		nein	
	13	µg/100g	28	68	05.07.17	999	999	998	5	nein	
	14	µg/100g	42	54	11.01.00	ja	1111	1118	100	nein	-
	15	µg/100g	32	64		1257				Nein	
	16	µg/100g	33	63							
	17	µg/100g	7	89	13.06.17	1126	1115	1137	1	ja	100
	18	µg/100g	30	66	05.07.17	655	664	645	0,4	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Phosphor / Phosphorus	1	mg/100g	59	37	19.07.17	4894,5	4922	4867	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	15.06.17	5370	5370	5370	2	Nein	
	3	mg/100g									
	4	mg/100g	12	84	13.07.17	6360,5	6366	6355	1,5 mg/100g	ja	88,8
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	5546	5528	5564	20		
	6	mg/100g									
	7	mg/100g									
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	31	65	27.07.	5470	5392	5544	0,1	nein	108,2
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	5194	5236	5152	3,6	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	5969,62	6018,62	5920,61			
	12	mg/100g									
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	5233	5228	5237	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	5166	5156	0,3	nein	-
	15	mg/100g	32	64		5212,7				Nein	
	16	mg/100g	33	63	22.06.17	5300,1	5289,1	5311,1	0,67 mg/L	Nein	102,50%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	5120	5003	5236	0,1	ja	106
	18	mg/100g	30	66	05.07.17	5152	5092	5212	4	nein	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Selen / Selenium	1	µg/100g	59	37	20.07.17	2220	2210	2230	5ppb		
	2	µg/100g	19	77	04.08.17	2100	2100	2100	120	Nein	
	3a	µg/100g	34	62	17.07.17	2040	2020	2060		nein	
	3b	µg/100g	34	62	02.08.17	2070	2040	2090		nein	
	4	µg/100g	12	84	03.08.17	3668,5	3696	3641	1,0 µg/100g	ja	75
	5	µg/100g	40	56	25.07.17	1750	1700	1800	100		
	6	µg/100g	11	85	25./27.07.2017	2050	2030	2070	20	nein	80-120
	7	µg/100g	18	78	23.06.17	2923	3115	2731		nein	
	8	µg/100g									
	9	µg/100g	31	65	16.06.	2510	2495	2516	0,4	nein	113,4
	10	µg/100g	43	53	17.07.17	1725	1773	1676	25	Nein	n.a.
	11	µg/100g	21	75	17.07.17	3352,95	3342,40	3363,50			
	12	µg/100g	23	73	30.06.17	1889	1887	1891		nein	
	13	µg/100g	28	68	05.07.17	1805	1800	1810	5	nein	
	14	µg/100g	42	54	11.01.00	ja	2349	2368	1000	nein	-
	15	µg/100g	32	64		2047				Nein	
	16a	µg/100g	33	63	13.06.17	1946,65	1907,9	1985,4	6,60 µg/L	Nein	103,26%
	16b	µg/100g	33	63	12.06.17	1555,4	1531,7	1579,1	2,46 µg/L	Ja	112,5
17	µg/100g	7	89	13.06.17	1993	1973	2012	1	ja	101	
18	µg/100g	30	66	05.07.17	1447	1467	1427	0,8	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. 1	Proben-Nr. 2	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. 1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
Zink / Zinc	1	mg/100g	59	37	19.07.17	291,5	294	289	5ppb		
	2	mg/100g	19	77	04.08.17	299	294	304	0,2	Nein	
	3a	mg/100g	34	62	17.07.17	290	290	290		nein	
	3b	mg/100g	34	62	02.08.17	280	280	280		nein	
	4	mg/100g	12	84	23.06.17	336,8	349,6	324	0,1 mg/100g	nein	90,4
	5	mg/100g	40	56	25.07.17	294,5	296	293	1		
	6	mg/100g	11	85	17.07.17	288,5	284,4	292,6	0,01	nein	80-120
	7	mg/100g	18	78	23.06.17	314	324	303		nein	
	8	mg/100g	29	67	31.07.17	297,9	292,4	303,4		Nein	
	9	mg/100g	31	65	27.07.	316	316	316	0,1	nein	97,5
	10	mg/100g	43	53	27.07.17	291,9	293,5	290,2	0,5	Nein	n.a.
	11	mg/100g	21	75	17.07.17	221,67	216,15	227,18			
	12	mg/100g	23	73	30.06.17	288	288	288		nein	
	13	mg/100g	28	68	05.07.17	281	281	281	0,01	nein	
	14	mg/100g	42	54	11.01.00	ja	289,7	287,5	0,05	nein	-
	15	mg/100g	32	64		300,8				Nein	
	16	mg/100g	33	63	13.06.17	341,75	344,3	339,2	7,94 µg/L	Nein	104,40%
	17	mg/100g	7	89	13.06.17	290,2	287,8	292,6	0,01	ja	96
18	mg/100g	30	66	05.07.17	297	296	298	4	nein		

5.1.2 Analytische Methoden

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise	
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks	
Bor / Boron	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja		
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO ₃ (65%)+ 1 ml H ₂ O ₂ (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein		
	3									
	4	Hausmethode		0,5 g	Mikrowelle/Druck		AQS 1/17 A5	ja		
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen-Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja		
	6									
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)		
	8									
	9								nicht bestimmt	
	10	ICP-OES				Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ and H ₂ O ₂	0-250-500-1000 µg/l	Nein	RM: BCR, hauseigenes RM inkl. Altem DLALVU Material
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06							Ja	
	12									
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja		
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja		
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja		
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES	
	17									
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Calcium	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO ₃ (65%)+ 1 ml H ₂ O ₂ (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	Veraschung bei 550°C, Messung mittels AAS nach ASU L 31.00 - 10	Rühren	1,0184 g (A), 1,1293 g (B)	Veraschung bei 550°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellen Aufschluss	HNO ₃ and H ₂ O ₂	0-1000-5000-10000 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Chrom / Chromium	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	Hausmethode		1 g	Mikrowelle/Druck		LGC7162	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	ASU L 00.00.-19/3	Rühren	0,5055 g (A), 0,50627 g (B)	ASU L 00.00-19/1		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8	UNI EN 14083	ja	300 mg	HNO ₃ + H ₂ O ₂ conc. - 200 °C	HNO ₃ 0,1 %	Fluka 02733 batch BCBN6619V	Ja	
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ TM 25.4	ja	
	10	ICP-MS			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-10-20-50-100-200 µg/l	no	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15765		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Kupfer / Copper	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% H NO ₃	NIST		
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	Veraschung bei 400°C, Messung mittels Flammen-AAS nach ASU L 00.00-19/2	Rühren	1,0068 g (A), 1,0015 g (B)	Veraschung bei 400°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8	UNI EN 14084	ja	300 mg	HNO ₃ + H ₂ O ₂ conc. - 200 °C	HNO ₃ 0,1 %	Sigma 38996 batch BCBS0415V	Ja	
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-100-250-500 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Eisen / Iron	1	AOAC 993.14		0,25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenz-analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenz-analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	Ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druck-aufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	Veraschung bei 400°C, Messung mittels Flammen-AAS nach ASU L 00.00-19/2	Rühren	1,0068 g (A), 1,0015 g (B)	Veraschung bei 400°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0,4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8	UNI EN 14084	ja	300 mg	HNO ₃ + H ₂ O ₂ conc. - 200 °C	HNO ₃ 0,1 %	Fluka 16596 batch BCBS2569V	Ja	
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druck-aufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-100-250-500 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druck-aufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Ja	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃ / HCl		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Kalium / Potassium	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO ₃ (65%)+ 1 ml H ₂ O ₂ (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	Veraschung bei 400°C, Messung mittels Flammen-AAS nach ASU L 00.00-19/2	Rühren	1,0068 g (A), 1,0015 g (B)	Veraschung bei 400°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-1000-5000-10000 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salptersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Magnesium	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% H NO3	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO3 (65%)+ 1 ml H2O2 (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3								
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO3 / H2O2		ja	
	6	Veraschung bei 550°C, Messung mittels AAS nach ASU L 31.00 - 10	Rühren	1,0184 g (A), 1,1293 g (B)	Veraschung bei 550°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO3/H2O2	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO3 und H2O2	0-1000-5000-10000 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO3, H2O2	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO3	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO3 / H2O2 / H2O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salptersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H2O / HNO3 / H2O2)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO3 + 2 ml H2O2	extern / Ultra Scientific	ja	
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO3		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Mangan / Manganese	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% H NO3	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO3 (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenz-analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenz-analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO3 / H2O2		ja	
	6								
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO3/H2O2	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-MS			Mikrowellenaufschluss	HNO3 und H2O2	0-100-250-500 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO3, H2O2	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO3	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO3 / H2O2 / H2O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H2O / HNO3 / H2O2)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO3 + 2 ml H2O2	extern / Ultra Scientific	ja	
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO3		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Molybdän / Molybdenum	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO ₃ (65%)+ 1 ml H ₂ O ₂ (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	nein	
	3								
	4	Hausmethode		1 g	Mikrowelle/Druck		LGC7162	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6								
	7	ICP-MS		0,4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8	UNI EN 14083	ja	300 mg	HNO ₃ + H ₂ O ₂ conc. - 200 °C	HNO ₃ 0,1 %	Fluka 67210 batch BCBN4955V	Ja	
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-MS			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-10-20-50-100-200 µg/l	nein	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15765		1g		Salpetersäure		Ja	
	16								
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Phosphor / Phosphorus	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8 ml HNO ₃ (65%)+ 1 ml H ₂ O ₂ (30%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3								
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6								
	7								nicht durchgeführt
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ TM 25.4	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-1000-5000-10000 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12								
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
	18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Selen / Selenium	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	Hausmethode		0,5 g	Mikrowelle/Druck		ERM-CE287k	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	ASU L 00.00.-19/3 modifiziert für Selen	Rühren	0,51398 (A) g, 0,50501 g (B)	ASU L 00.00-19/1		Addition	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8								
	9	ASU § 64 L 00.00-135	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 3280	ja	
	10	ICP-MS			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-10-20-50-100-200 µg/l	Nein	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15765		1g		Salpetersäure		Ja	
	16a	SOP 504-0163	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Ja	Graphitrohr - AAS
	16b	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja		
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Homogenisierung	Einwaage	Aufschluss: Methode	Aufschluss: Lösung	Kalibrierverfahren/Referenzmaterial	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description	Homogenization	Sample weight	Hydrolization Method	Hydrolization Solution	Calibration and reference material	Method accredited	Further remarks
Zink / Zinc	1	AOAC 993.14		0.25g	Mikrowelle	5% HNO ₃	NIST	Ja	
	2	ICP-OES	nein	0,5 g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ (65%)+ 2 ml HCl (37%)	Einzel-Element Standard (1000 mg/l)	Nein	
	3a	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	3b	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein	
	4	ASU L00.00-144		1 g	Mikrowelle/Druck		muva-NEM 1603	ja	
	5	EN 15763		0,4 g	Mikrowellen Druckaufschluss	HNO ₃ / H ₂ O ₂		ja	
	6	Veraschung bei 400°C, Messung mittels Flammen-AAS nach ASU L 00.00-19/2	Rühren	1,0068 g (A), 1,0015 g (B)	Veraschung bei 400°C		extern	ja	
	7	ICP-MS		0.4 g	Mikrowelle	HNO ₃ /H ₂ O ₂	externer Standard	nein (Antrag in Bearb.)	
	8	UNI EN 14084	ja	300 mg	HNO ₃ + H ₂ O ₂ conc. - 200 °C	HNO ₃ 0,1 %	Sigma 18827 batch BCBT6209	Ja	
	9	ASU § 64 L 00.00-144	ja	0,5	Mikrowellen-Druckaufschluss	Salpetersäure	Standardlösungen/ SRM 1547	ja	
	10	ICP-OES			Mikrowellenaufschluss	HNO ₃ und H ₂ O ₂	0-100-250-500 µg/l	Ja	
	11	AOAC 2015.01, AOAC 2015.06						Ja	
	12	AA53, ICP-MS	Kugelmühle	1g	AA30	HNO ₃ , H ₂ O ₂	NIST SRM 3280	ja	
	13	USP-35 NF 30	ja	0,4g	Turbowave Mikrowelle	HNO ₃	6-Punkt-Kalibrierung	ja	
	14	ICP-OES	nein	200mg	Mikrowelle	HNO ₃ / H ₂ O ₂ / H ₂ O	externe Kalibration	ja	
	15	DIN EN 15621		1g		Salpetersäure		Ja	
	16	SOP 504-0230	schütteln	0,5g	Mikrowellen-druckaufschluss (H ₂ O / HNO ₃ / H ₂ O ₂)	100 mL		Nein	ICP-OES
	17	EN 15763 mod.; DIN 17294-2 mod.	mischen	0,5-1g	Mikrowellenaufschluss	8ml HNO ₃ + 2 ml H ₂ O ₂	extern / Ultra Scientific	ja	
18	ASU L 00.00-144	ja	0,5 g	ASU L 00.00-19/1	HNO ₃		ja		

5.2 Homogenität

5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben

Homogenitätsprüfung anhand der Bestimmung von Kupfer mittels ICP-MS (DIN EN ISO 17294-2):

Kupfer

Wiederholmessungen	mg/kg
1	425
2	421
3	422
4	425
5	428
6	439
7	422
8	420

Allgemeiner Mittelwert 425
 Wiederholstandardabweichung 6,14 1,44%

5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

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

Kupfer				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	2,78			mg/100g
Probennummern	7 - 89			
Anzahl der Proben	30			
Steigung	-0,0100			
Trendlinienbereich	43,1	-	43,4	mg/100g
Abweichung Trendlinie	43,3	±	0,150	mg/100g
Prozent von σ_{pt}	5,40	%		

Calcium				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	286			mg/100g
Probennummern	7 - 89			
Anzahl der Proben	28			
Steigung	7,45			
Trendlinienbereich	8025	-	8234	mg/100g
Abweichung Trendlinie	8130	±	104	mg/100g
Prozent von σ_{pt}	36,5	%		

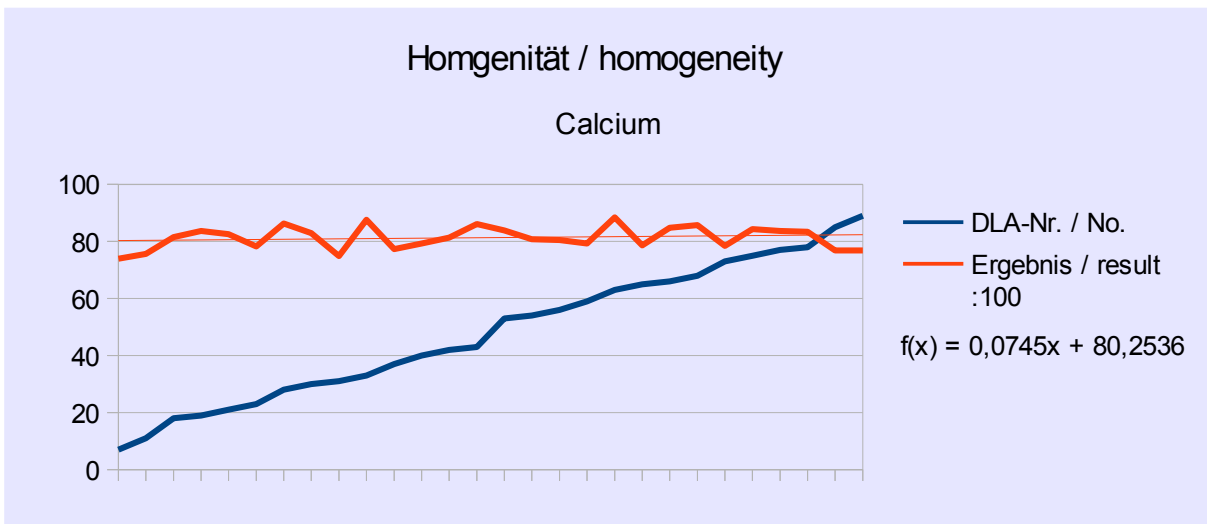
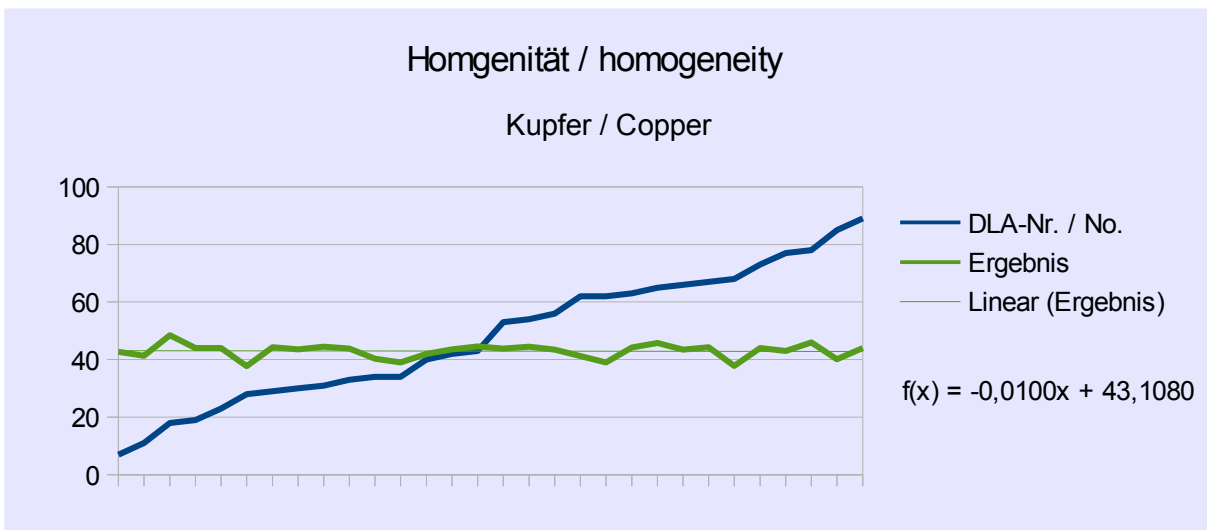


Abb./Fig. 25:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: Kupfer und Calcium (Calcium 1/100 dargestellt)
 trend line function sample number vs. results: copper and calcium (calcium shown 1/100)

5.3 Stabilität**5.3.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse**

Aus der Gegenüberstellung der Messergebnisse der Teilnehmer mit dem zugehörigen Analysendatum lässt sich die Stabilität des LVU-Materials über den Durchführungszeitraum der LVU anhand der Trendlinien-Funktion charakterisieren:

Kupfer				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	2,78			mg/100g
Analysenzeitraum	57			Tage
Anzahl Ergebnisse	14			
Steigung	-0,114			
Trendlinienbereich	43,7	-	45,3	mg/100g
Abweichung Trendlinie	44,5	±	0,799	mg/100g
Prozent von σ_{pt}	28,7	%		

Calcium				
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	286			mg/100g
Analysenzeitraum	44			Tage
Anzahl Ergebnisse	13			
Steigung	-19,1			
Trendlinienbereich	8269	-	8517	mg/100g
Abweichung Trendlinie	8393	±	124	mg/100g
Prozent von σ_{pt}'	43,3	%		

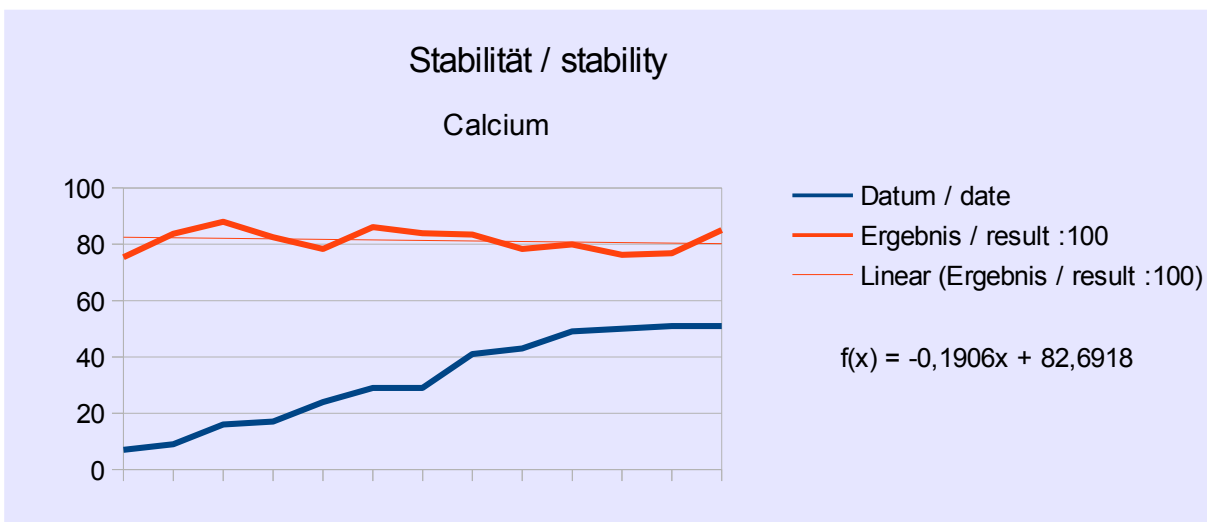
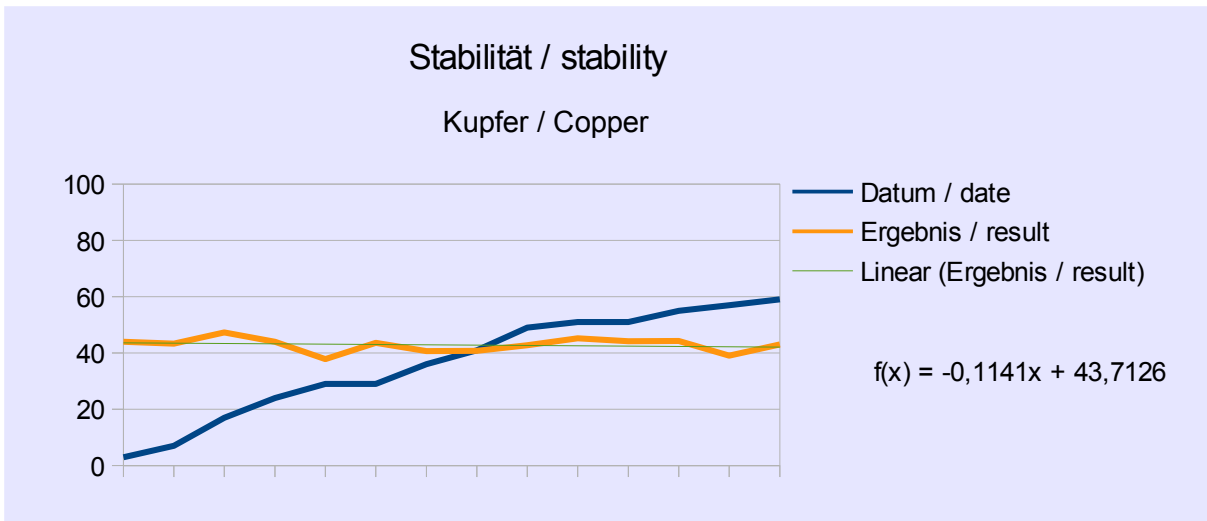


Abb./Fig. 26:

Trendfunktion Analysendatum vs. Ergebnisse: Kupfer und Calcium (Calcium 1/100 dargestellt)

trend line function date of analysis vs. results: copper and calcium (calcium shown 1/100)

5.4 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

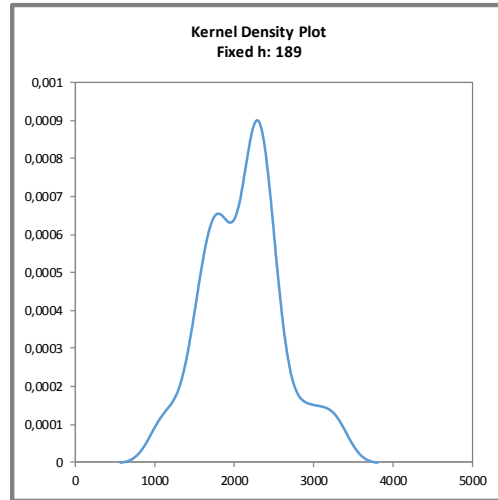
Abbildungen:

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

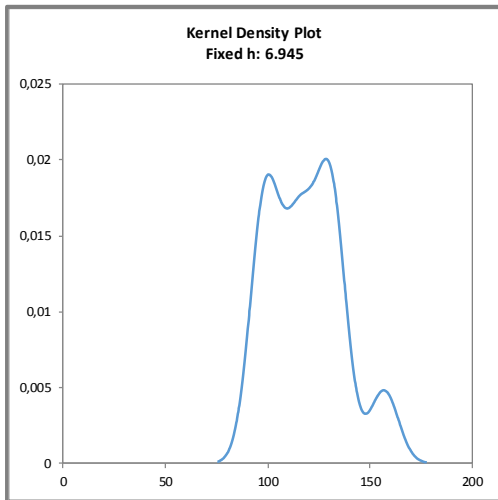
Figures:

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

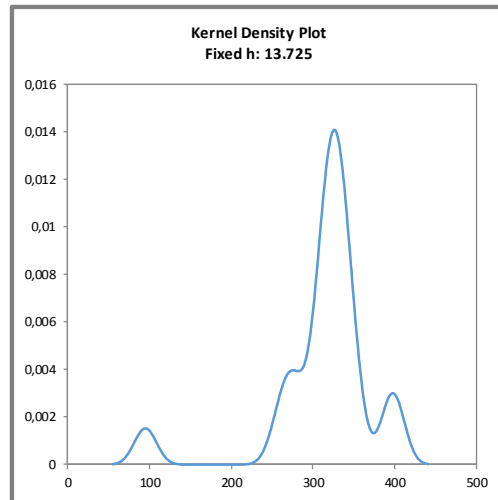
Chrom / Chromium



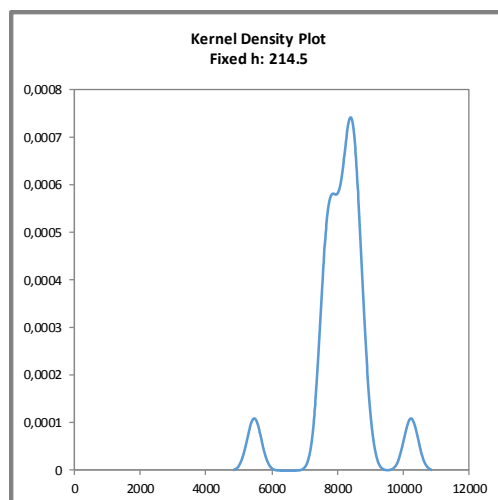
Bor / Boron



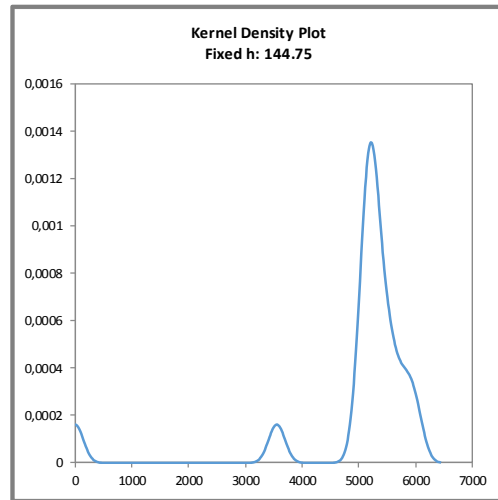
Eisen / Iron



Calcium



Kalium / Potassium



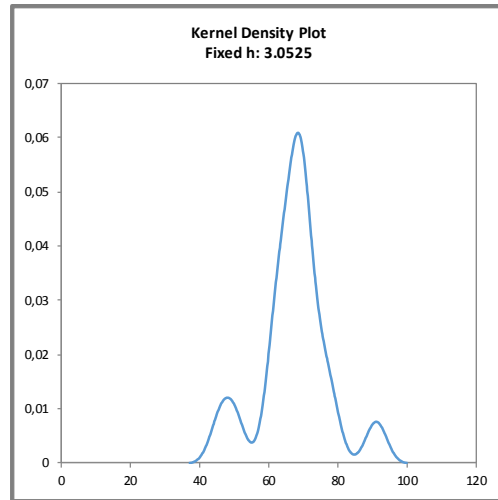
Abbildungen:

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

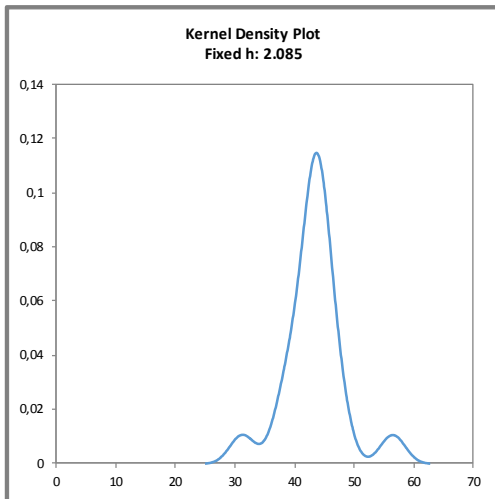
Figures:

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

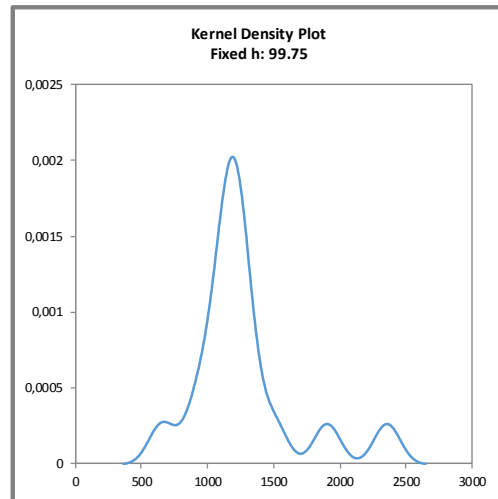
Mangan / Manganese



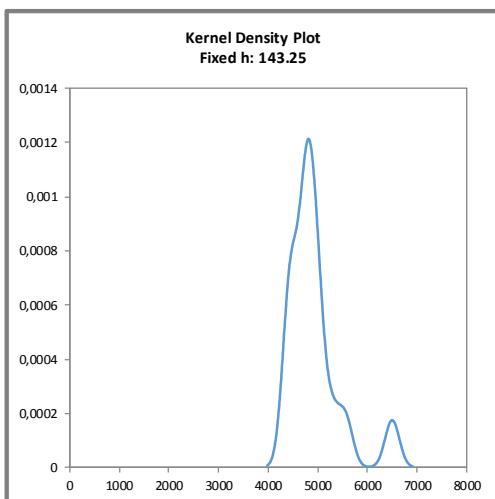
Kupfer / Copper



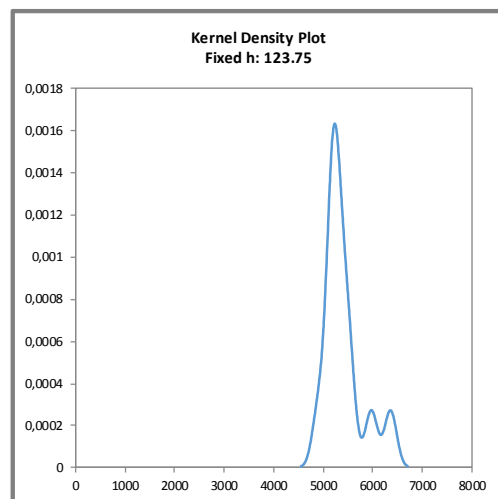
Molybdän / Molybdenum



Magnesium



Phosphor / Phosphorus



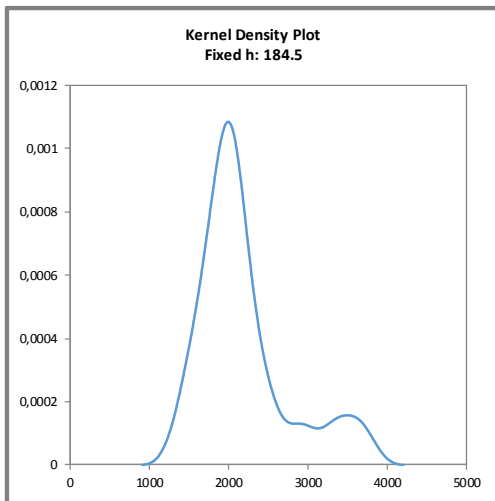
Abbildungen:

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

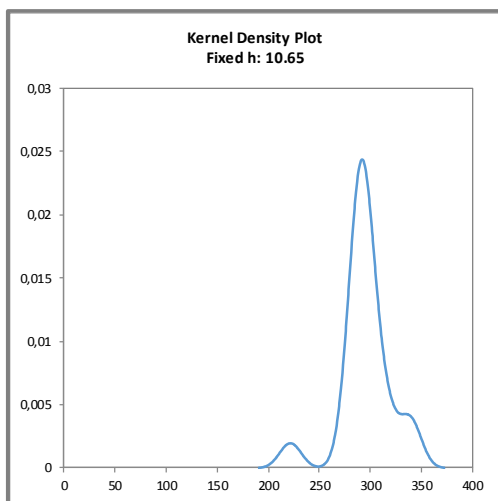
Figures:

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

Selen / Selenium



Zink / Zinc



5.5 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 44-2017
EP-Name	Nahrungsergänzungsmittel II: B, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P, Se, Zn
Probenmatrix*	Proben A + B: Multivitamin-tabletten- bzw. -kapselpulver (ohne Kapselhülle) / Zutaten: Maltodextrin, Mineralstoff-Verbindungen und Vitamine sowie weitere technologische Zusatzstoffe
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben A + B: je 10 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: B, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P, Se und Zn
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe A und B sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe A und B), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/100g bzw. µg/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist u.a. anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt - Informationen zur Bestimmungs- und Aufschlussmethode - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	Spätestens 04. August 2017
Auswertebereicht	Der Auswertebereicht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		ITALIEN
		Deutschland
		BELGIEN
		USA
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SCHWEIZ
		SPANIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SCHWEIZ
		INDIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by 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. Determina-

- tion 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 44/2017 - Nahrungsergänzungsmittel II

Alle 18 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung der Parameter B, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, P, Se und Zn erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz, teils unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit. Es lagen 67% bis 89% der Ergebnisse der Teilnehmer im jeweiligen Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen. 5 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Italien, Belgien, Schweiz, Spanien) und je ein Teilnehmer in den USA und Indien.