

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 49/2018

Schwermetalle und Spurenelemente:

in diätetischem Lebensmittel mit Milch- und Sojaweiß

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

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

Koordinator der LVU:
Dr. Gerhard Wichmann

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler</p> <p>Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany</p> <p>Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 49/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Gerhard Wichmann
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (17. Juli 2018)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler (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: 17. Juli 2018</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben.</p> <p>In case the analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters was part of the proficiency test, the determinations were subcontracted by DLA.</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben.</p> <p>Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	5
2. Durchführung.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	7
2.1.2 Stabilität.....	7
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	8
2.3 Ergebnisübermittlung.....	8
3. Auswertung.....	9
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	9
3.2 Robuste Standardabweichung.....	9
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	9
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	10
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	10
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung) . . .	11
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	11
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	12
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	14
3.7 z-Score.....	14
3.8 z'-Score.....	16
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	16
3.10 Quotient S*/opt.....	17
3.11 Standardunsicherheit.....	17
4. Ergebnisse.....	18
4.1 Al - Aluminium in mg/kg.....	20
4.2 Ba - Barium in mg/kg.....	22
4.3 Ca - Calcium in mg/kg.....	24
4.4 Cd - Cadmium in mg/kg.....	26
4.5 Co - Cobalt in mg/kg.....	28
4.6 Cr - Chrom / Chromium in mg/kg.....	30
4.7 Cu - Kupfer / Copper in mg/kg.....	32
4.8 Fe - Eisen / Iron in mg/kg.....	34
4.9 I - Iod / Iodine in mg/kg.....	36
4.10 K - Kalium / Potassium in mg/kg.....	38
4.11 Mg - Magnesium in mg/kg.....	40
4.12 Mn - Mangan / Manganese in mg/kg.....	42
4.13 Mo - Molybdän / Molybdenum in mg/kg.....	44
4.14 Na - Natrium / Sodium in mg/kg.....	46
4.15 Ni - Nickel in mg/kg.....	48
4.16 P - Phosphor / Phosphorus in mg/kg.....	50
4.17 Rb - Rubidium in mg/kg.....	52
4.18 Se - Selen in mg/kg.....	54
4.19 Zn - Zink / Zinc in mg/kg.....	56
5. Dokumentation.....	58
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	58
5.1.1 Primärdaten.....	58
5.1.2 Analytische Methoden.....	77

5.2 Homogenität.....	96
5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben. . .	96
5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	96
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	97
5.4 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP). 101	
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge. . . .	102
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	103

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 zweier Aufbaunahrungen mit Milch- und Soja-Eiweiß, siehe Tabelle 1.

Der Rohstoff wurde homogenisiert und gesiebt. Die Zusammensetzung ist Tabelle 1 zu entnehmen.

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

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Gehalt
<p>Aufbaunahrung 1</p> <p>Zutaten: Milcheiweiß, Sojaeiweiß, fettarmes Kakaopulver, Aroma, L-Ascorbinsäure, Magnesiumhydroxid, Süßungsmittel: Natriumcyclamat, Saccharin-Natrium, ; Rote Bete Saftpulver, L-Leucin, L-Valin, L-Isoleucin, Trennmittel: Siliciumdioxid, Salz, alpha-Tocopherylacetat, Nicotinamid, Zinkoxid, Calcium-D-Phantothenat, Pyridoxinhydrochlorid, Thiaminmononitrat, Riboflavin, Folsäure, B-Biotin. Nährstoffe pro 100 g: Protein 83 g, Salz 1,0 g, Fett 1,5 g, Kohlenhydrate 2,9 g</p>	50 g/100g
<p>Aufbaunahrung 2</p> <p>Zutaten: Magermilch, Molkenerzeugnis, pflanzliche Öle, Stärke, Lactose, Calciumcarbonat, Eisensulfat, Emulgator Sojalecitine, Kaliumchlorid, Kaliumcitrat, L-Tyrosin, Vitamin C, Natriumchlorid, Magnesiumcarbonat, Zinksulfat, L-Tryptophan, Niacin, Pantothensäure, Kupfersulfat, Vitamin A, Vitamin B₁, Vitamin B₆, Vitamin E, Mangansulfat, Vitamin B₂, Folsäure, Kaliumjodid, Vitamin K, Natriumselenit, Vitamin D, Biotin, Vitamin B₁₂. Nährstoffe pro 100 g: Protein 10,2 g, Salz 0,4 g, Fett 25,5 g, Kohlenhydrate 59,1 g</p>	50 g/100g

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

2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand einer 5-fach Bestimmung von Kupfer mittels ICP/MS (DIN EN ISO 17294-2) überprüft. Die Wiederholstandardabweichung liegt mit 2,54 % im Bereich der Wiederholstandardabweichungen vergleichbarer Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2). Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchung sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Der **Variationskoeffizienten VK_r** liegen für alle Analyten im Bereich von 0,99% - 7,18%. Eine Ausnahme stellt Cadmium dar (VK_r 11,5%). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [16-19]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer und die Variationskoeffizienten VK_r sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.19).

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert.

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

2.1.2 Stabilität

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

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

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei 0,23 (19,9°C). Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 17. Kalenderwoche 2018 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 8. Juni 2018.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben einer Aufbaunahrung-Mischung mit überwiegend natürlichen Gehalten an 19 Elementen zur quantitativen Bestimmung.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.
(siehe Dokumentation unter Punkt 5.4 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.

Von den 11 Teilnehmer haben 9 Teilnehmer 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]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der **Median** als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: Δ Median - rob. Mittelwert $> 0,3 \sigma_{pt}$) [3].

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

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

Die Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnisse zulässig. Es ist zu beachten, dass die Bedeutung aufgrund der geringen Anzahl von Ergebnissen begrenzt sein kann.

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 inner-

halb 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 Vergleichsstandardabweichungen von RVs abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen. In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander. Vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der 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, zu geringe Anzahl signifikanter Stellen (gültige Ziffern) oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

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

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

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

nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Elemente außer Ca und Cr die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1). Für Ca und Cr wurde die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet.

Zusätzlich wurde für Al die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse wurden mittels z'-Score bewertet (s. 3.8).

Aufgrund der Anzahl von < 5 wurden die Ergebnisse für I und Rb nicht mittels z-Scores bewertet.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 2 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 angegeben.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [16-26]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Al	Kakaopulver	205	3,25%	5,83%	5,36% ¹	ICP-MS [16]
	Kakaopulver	210	1,91%	8,71%	8,61%	ICP-OES [17]
As	Fischhomogenat	1,6	4,6%	8,8%	8,18%	ICP-MS [18]
	Muscheln	9,3	4,5%	13%	12,6%	ICP-MS [18]
Pb	Fischhomogenat	2,1	5,0%	8%	7,18%	ICP-MS [18]
	Muscheln	2,5	13%	16%	13,1%	ICP-MS [18]
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]
Cd	Fischhomogenat	0,87	7,3%	11%	9,71% ¹	ICP-MS [18]
	Muscheln	1,7	3,9%	9,5%	9,09%	ICP-MS [18]
Cr	Säuglingsnahrung	0,17	7,3%	19%	18,3%	GF-AAS [20]
	Reispulver	0,11	19,2%	35%	32,3% ¹	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]
I	Kabeljaumuskeln	4,15	0,7%	8,9%	8,89%	ICP-MS (16)
	Sojanahrung	1,26	3,7%	6,7%	6,17%	ICP-MS (16)
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%	GF-AAS [20]
	Reispulver	0,56	8,7%	20%	19,0% ¹	GF-AAS [20]
Na	Hummer	186	3,31%	6,60%	6,17%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	2220	3,67%	4,89%	4,15% ¹	ICP-OES [22]
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]
S	Hummer	876	3,13%	7,54%	7,21%	ICP-OES [22]
	Kindernährmittel Soja	1234	3,86%	10,71%	10,4%	ICP-OES [22]
Se	Katfisch	1,797	9,85%	10,1%	7,31%	AAS [21]
	Reis	0,374	2,41%	11,8%	11,7% ¹	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 teilweise unter Verwendung des z'-Scores als geeignet angesehen.

Tabelle 3 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]. Gleichermäßen 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 3: Kenndaten der aktuellen LVU (grau 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*/opt	DLA-Bericht
Al	Muschel-Fisch	444	143	32,2%	2,2 ¹	DLA 58/2016
Al	Kartoffel	0,527	0,283	53,7%	1,5 ¹	DLA 46/2017
Al	Aufbaunahrung	5,86	2,08	35,5%	1,7 ¹	DLA 49/2018
Ba	Muschel-Fisch	2,35	0,832	35,5%	1,8 ¹	DLA 58/2016
Ba	Kartoffel	0,220	-	-	-	DLA 46/2017
Ba	Aufbaunahrung	0,708	0,0791	11,2%	0,66	DLA 49/2018
Ca	Kartoffel	238	12,0	5,04%	0,72	DLA 46/2017
Ca	Aufbaunahrung	6540	259	3,97%	0,93	DLA 49/2018
Cd	Muschel-Fisch	1,03	0,0616	5,97%	0,37	DLA 58/2016
Cd	Kartoffel	0,0399	0,0029	7,30%	0,28	DLA 46/2017
Cd	Aufbaunahrung	0,0116	0,00263	22,7%	0,73	DLA 49/2018
Cr	Muschel-Fisch	1,23	0,266	21,6%	1,4	DLA 58/2016
Cr	Kartoffel	**	-	-	-	DLA 46/2017
Cr	Aufbaunahrung	0,218	0,0594	27,2%	1,4	DLA 49/2018
Co	Muschel-Fisch	0,586	0,0347	5,91%	0,34	DLA 58/2016
Co	Kartoffel	0,0110	0,00223	20,3%	0,64	DLA 46/2017
Co	Aufbaunahrung	0,0388	0,00564	14,5%	0,56	DLA 49/2018
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	Aufbaunahrung	4,28	0,611	14,3%	1,1	DLA 49/2018
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	Aufbaunahrung	60,3	4,41	7,31%	0,85	DLA 49/2018
K	Kartoffel	13162	604	4,59%	1,2	DLA 46/2017
K	Aufbaunahrung	3931	347	8,83%	1,9	DLA 49/2018
Mg	Kartoffel	736	27,1	3,68%	0,62	DLA 46/2017
Mg	Aufbaunahrung	1149	36,3	3,16%	0,57	DLA 49/2018
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	Aufbaunahrung	3,58	0,326	9,10%	0,69	DLA 49/2018
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	Aufbaunahrung	0,830	0,130	15,7%	0,95	DLA 49/2018
Na	Kartoffel	195	13,7	7,03%	1,0	DLA 46/2017
Na	Aufbaunahrung	2944	154	5,23%	1,1	DLA 49/2018
Ni	Muschel-Fisch	1,40	0,232	16,6%	1,1	DLA 58/2016
Ni	Kartoffel	0,0398	0,00645	16,2%	0,62	DLA 46/2017
Ni	Aufbaunahrung	0,418	0,0590	14,1%	0,77	DLA 49/2018
P	Kartoffel	1451	49,1	3,38%	0,63	DLA 46/2017
P	Aufbaunahrung	4870	386	7,92%	1,8	DLA 49/2018
Se	Aufbaunahrung	0,219	0,0461	21,1%	1,0	DLA 49/2018
Zn	Muschel-Fisch	51,0	5,17	10,2%	1,1	DLA 58/2016
Zn	Kartoffel	7,83	0,726	9,3%	0,79	DLA 46/2017
Zn	Aufbaunahrung	109	15,2	14,0%	1,8	DLA 49/2018

¹ mit Zielstandardabweichung opt'

** 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 Laboren 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.

Die Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes wird anhand des Konsenswertes als robuster Mittelwert der Teilnehmerergebnisse gewährleistet.

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 Symmetrische Verteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.3). Vereinzelt sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind.

Für das Element Phosphor zeigten sich zwei annähernd gleich große Peaks. Diese bimodale Verteilung lässt sich nicht auf Grund von unterschiedlichen Methoden begründen. Da ein nicht auffälliger Variationskoeffizient (VK_R) vorliegt und der Quotient S^*/σ_{pt} (1,8) zu akzeptieren ist, konnte für Phosphor die statistische Auswertung vorgenommen werden.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für I und Rb lagen < 5 Ergebnisse vor, sodass keine statistische Auswertung vorgenommen werden konnte.

Für Ba, Cd, Co, Mo, Ni, P und Se lagen < 7 Ergebnisse vor, sodass aufgrund der geringen Anzahl der Ergebnisse die *Aussagekraft der statistischen Auswertung eingeschränkt* ist.

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

Für Al zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine erhöhte Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag deutlich über 2,0. Der Parameter wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 1,7 (s. Tab. 3).

Für die anderen Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine geringe bis normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 0,6 bis 1,9 (s. Tab. 3).

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 $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ ist für die Parameter Al, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mo, Na, Ni, P, Se und Zink mit $> 0,3$ erhöht (0,3 bis 0,9). Für alle weiteren Parameter liegt der Quotient mit $< 0,3$ niedrig.

Es liegen 70% bis 100% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

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 Al - Aluminium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	6,48
Median	5,80
Robuster Mittelwert (x_{pt})	5,86
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,08
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	7
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,179
Variationskoeffizient (VK_r)	2,75%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	3,24
Variationskoeffizient (VK_R)	49,8%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,22
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,314
Untere Grenze des Zielbereichs	3,43
Obere Grenze des Zielbereichs	8,29
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,7
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,982
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,81
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	71%

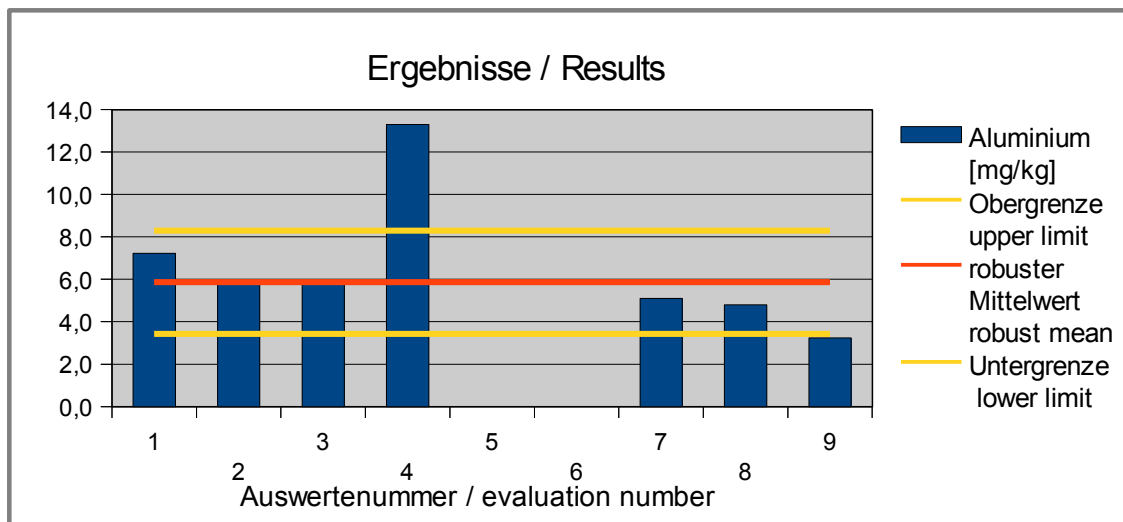


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Aluminium / Results Aluminium

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

Auswertenummer	Aluminium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	7,22	1,36	1,1	4,3	
2	5,80	-0,0610	-0,050	-0,19	
3	5,89	0,0290	0,024	0,092	
4	13,3*	7,44	6,1	24	
5					
6					
7	5,10	-0,761	-0,63	-2,4	
8	4,80	-1,06	-0,87	-3,4	
9	3,24	-2,62	-2,2	-8,3	

* Mittelwert von DLA berechnet

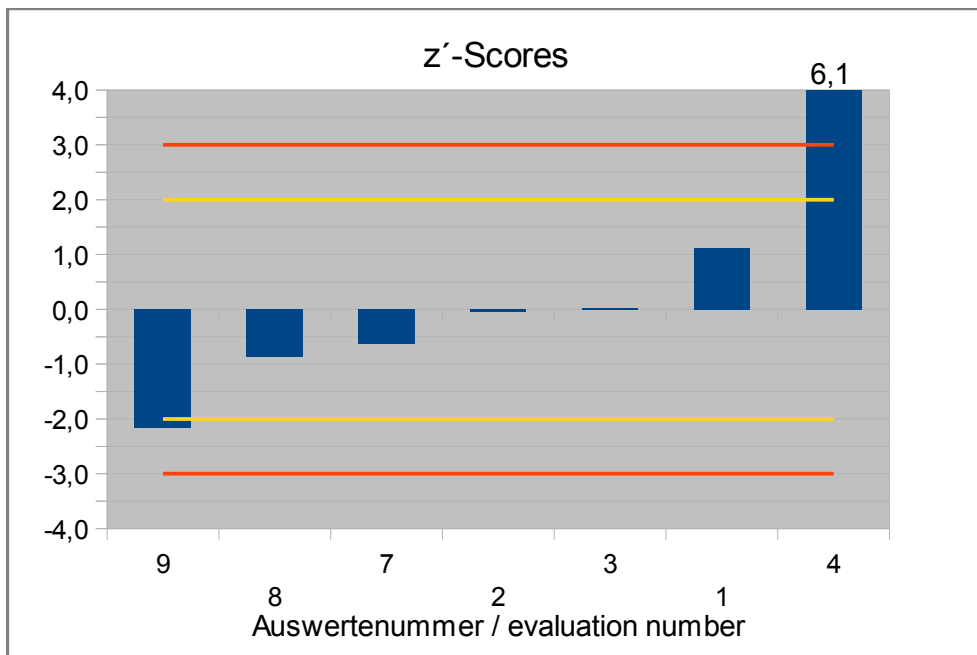


Abb. / Fig. 2: z'-Scores Aluminium

4.2 Ba - Barium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,708
Median	0,700
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,708
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0791
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	5
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0170
Variationskoeffizient (VK_r)	2,41%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0706
Variationskoeffizient (VK_R)	10,0%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,119
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	0,469
Obere Grenze des Zielbereichs	0,947
Quotient S^*/σ_{pt}	0,66
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0442
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,37
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

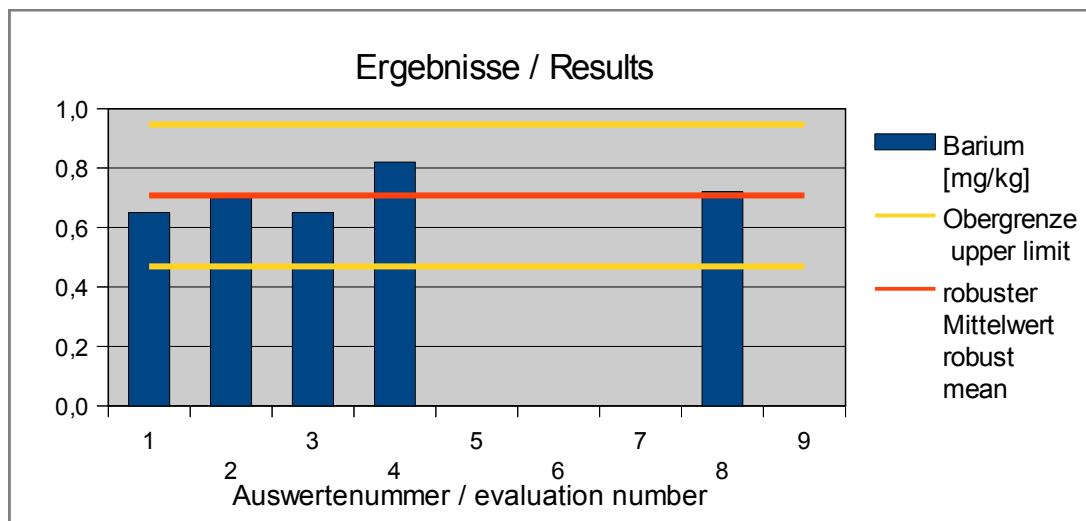


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Barium / Results Barium

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

Auswertenummer Evaluation number	Barium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	0,650	-0,0580	-0,49	
2	0,700	-0,00800	-0,07	
3	0,650	-0,0580	-0,49	
4	0,820*	0,112	0,94	
5				
6				
7				
8	0,720	0,0120	0,10	
9				

* Mittelwert von DLA berechnet

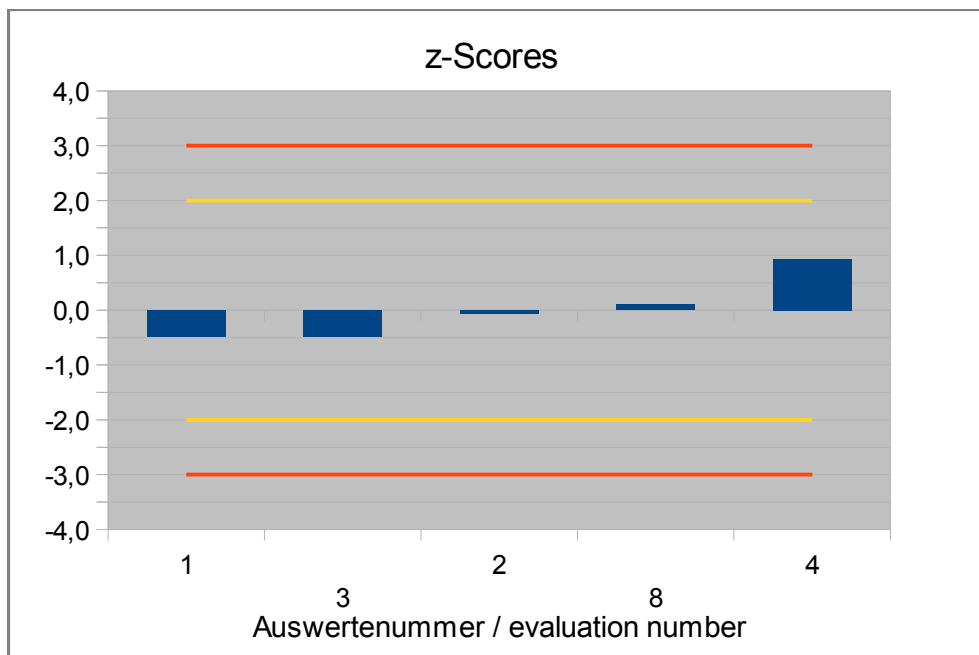


Abb. / Fig. 4: z-Scores Barium

4.3 Ca - Calcium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	6470
Median	6550
Robuster Mittelwert (X_{pt})	6540
Robuste Standardabweichung (S^*)	259
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	136
Variationskoeffizient (VK_r)	2,11%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	537
Variationskoeffizient (VK_R)	8,29%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	497
Zielstandardabweichung (zur Information)	279
Untere Grenze des Zielbereichs	5550
Obere Grenze des Zielbereichs	7530
Quotient S^*/σ_{pt}	0,52
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	108
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,22
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	89%

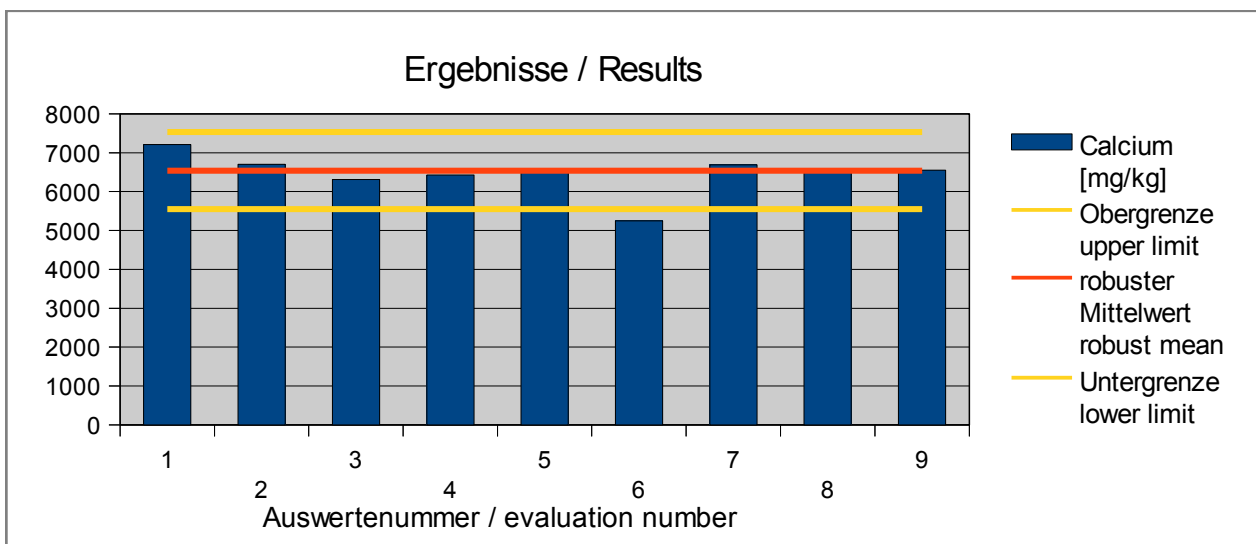


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Calcium / Results Calcium

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

Auswertenummer Evaluation number	Calcium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	7210	674	1,4	2,4	
2	6700	160	0,32	0,58	
3	6310	-227	-0,46	-0,81	
4	6430*	-112	-0,22	-0,40	
5	6504	-35,5	-0,071	-0,13	
6	5250	-1290	-2,6	-4,6	
7	6690	148	0,30	0,53	
8	6590	53,5	0,11	0,19	
9	6550	11,1	0,022	0,040	

* Mittelwert von DLA berechnet

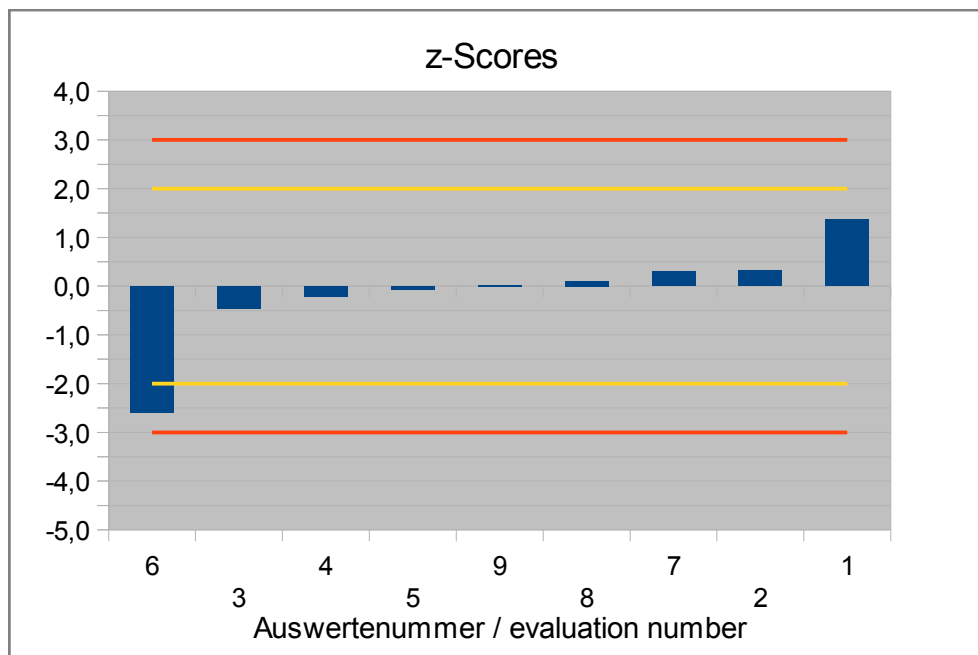


Abb. / Fig. 6: z-Scores Calcium

4.4 Cd - Cadmium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,0116
Median	0,0115
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	0,0116
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,00263
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,00133
Variationskoeffizient (VK_r)	11,5%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,00253
Variationskoeffizient (VK_R)	21,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,00362
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,00112
Untere Grenze des Zielbereichs	0,00432
Obere Grenze des Zielbereichs	0,0188
Quotient S^*/σ_{pt}	0,73
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,00134
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,37
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	100%

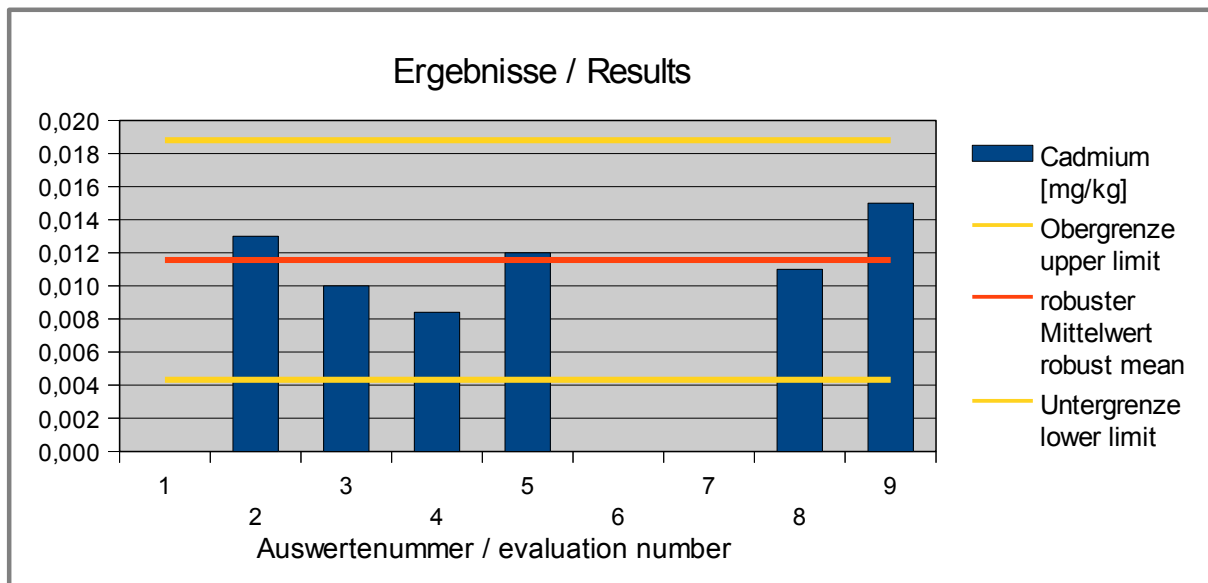


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Cadmium / Results Cadmium

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

Auswertenummer	Cadmium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	<0,01				BG im Zielbereich
2	0,0130	0,00143	0,40	1,3	
3	0,0100	-0,00157	-0,43	-1,4	
4	0,00840*	-0,00317	-0,87	-2,8	
5	0,0120	0,000433	0,12	0,39	
6					
7	<0,050				BG im Zielbereich
8	0,0110	-0,000567	-0,16	-0,50	
9	0,0150	0,00343	0,95	3,1	
10					
11					

* Mittelwert von DLA berechnet

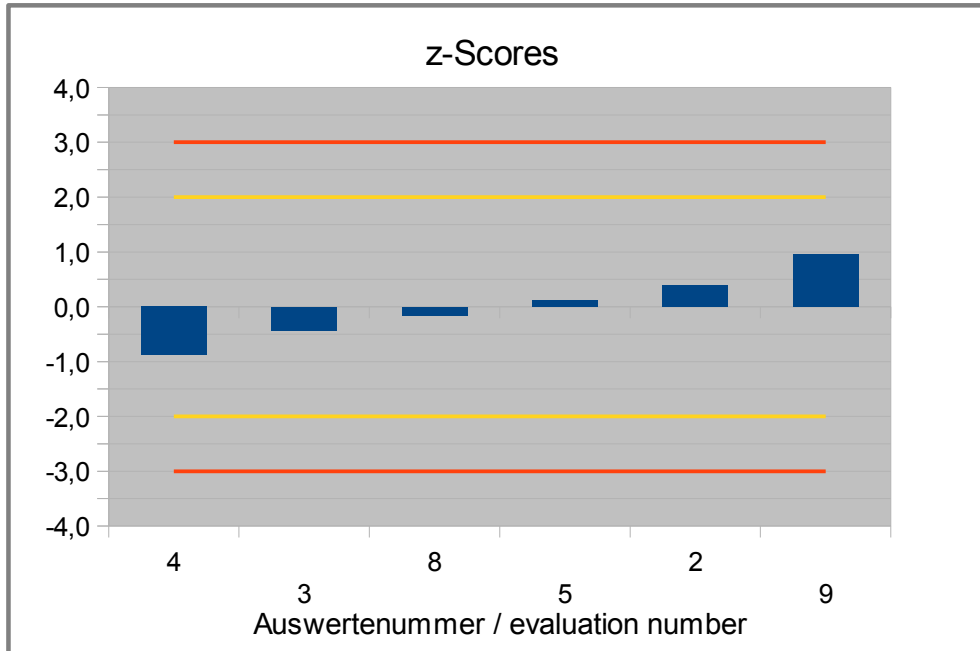


Abb. / Fig. 8: Z-Scores Cadmium

4.5 Co - Cobalt in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,0388
Median	0,0380
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,0388
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,00564
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	5
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,00212
Variationskoeffizient (VK_r)	5,43%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,00579
Variationskoeffizient (VK_R)	14,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0101
Untere Grenze des Zielbereichs	0,0186
Obere Grenze des Zielbereichs	0,0590
Quotient S^*/σ_{pt}	0,56
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,00315
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,31
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

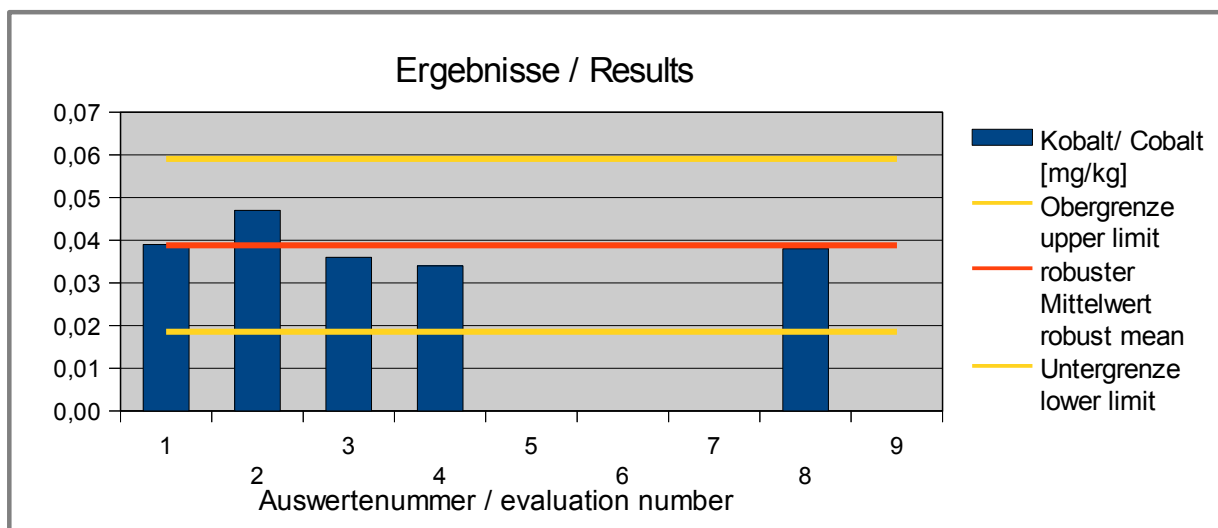


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Kobalt / Results Cobalt

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Kobalt/ Cobalt [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	0,0390	0,000200	0,020	
2	0,0470	0,00820	0,81	
3	0,0360	-0,00280	-0,28	
4	0,0340*	-0,00480	-0,47	
5	<1,19			BG über Zielbereich
6				
7	<0,050			BG im Zielbereich
8	0,0380	-0,000800	-0,079	
9				

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 10: Z-Scores Cobalt

4.6 Cr - Chrom / Chromium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,227
Median	0,207
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	0,218
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0594
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	7
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0159
Variationskoeffizient (VK_r)	6,94%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0715
Variationskoeffizient (VK_R)	31,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0704
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0439
Untere Grenze des Zielbereichs	0,0774
Obere Grenze des Zielbereichs	0,359
Quotient S^*/σ_{pt}	0,84
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0280
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,40
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	86%

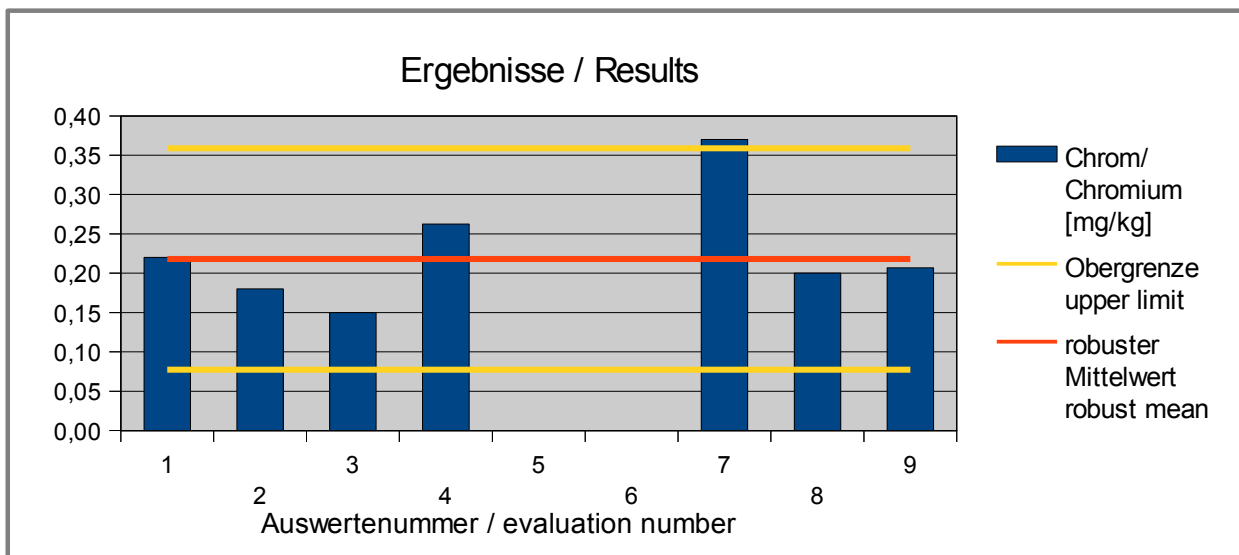


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Chrom / Results Chromium

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

Auswertenummer Evaluation number	Chrom/ Chromium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,220	0,00191	0,027	0,044	
2	0,180	-0,0381	-0,54	-0,87	
3	0,150	-0,0681	-1,0	-1,6	
4	0,263*	0,0444	0,63	1,0	
5					
6					
7	0,370	0,152	2,2	3,5	
8	0,200	-0,0181	-0,26	-0,41	
9	0,207	-0,0111	-0,16	-0,25	
10					
11					

* Mittelwert von DLA berechnet

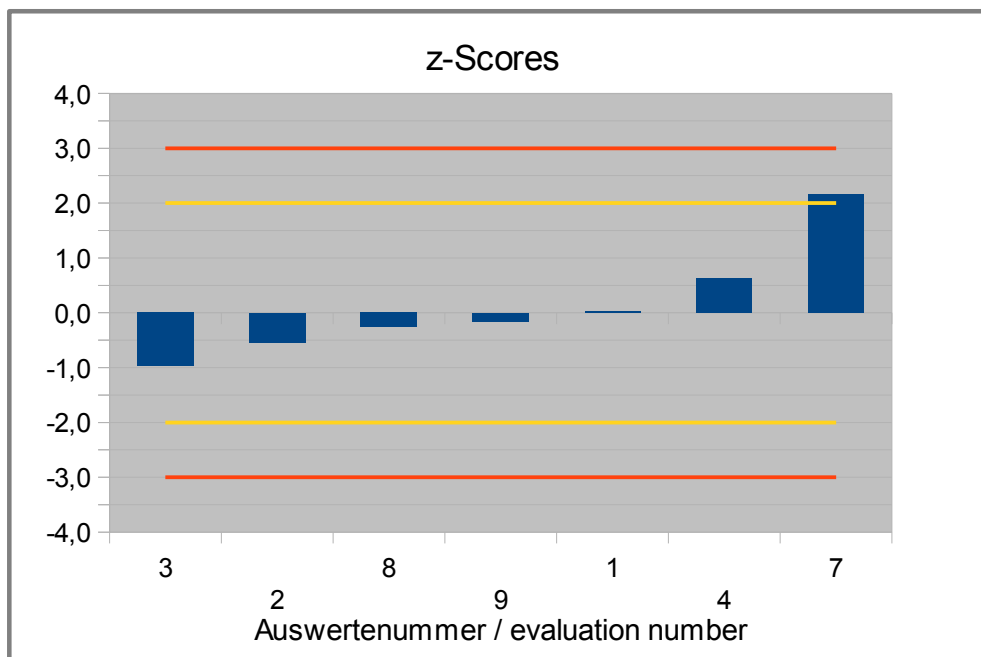


Abb. / Fig. 12: Z-Scores Chrom/ Chromium

4.7 Cu - Kupfer / Copper in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	4,31
Median	4,22
Robuster Mittelwert (x_{pt})	4,28
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,611
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,207
Variationskoeffizient (VK_r)	4,80%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,617
Variationskoeffizient (VK_R)	14,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,550
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,455
Untere Grenze des Zielbereichs	3,18
Obere Grenze des Zielbereichs	5,38
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,255
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,46
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	89%

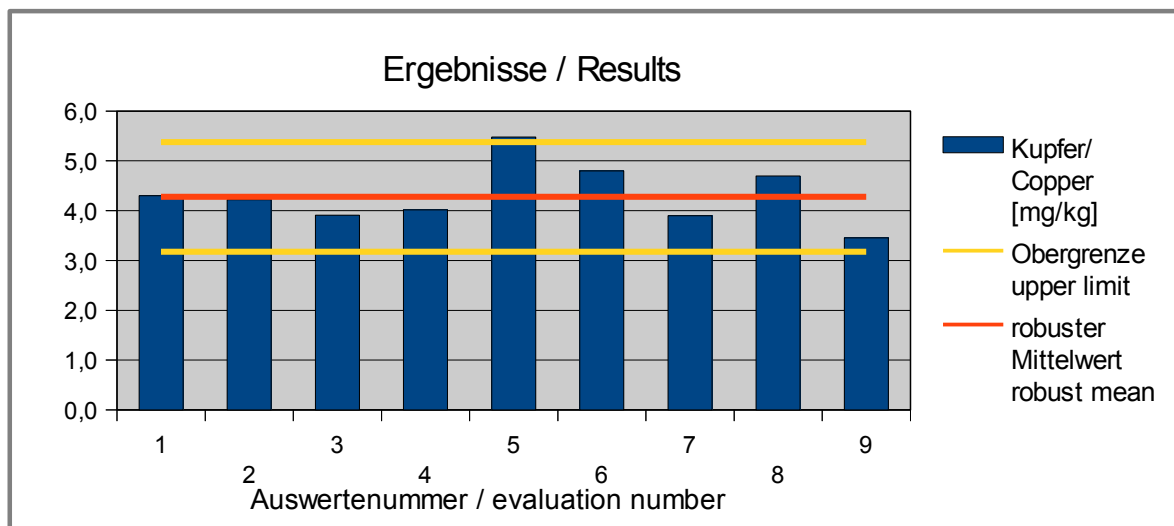


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Kupfer / Results Copper

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

Auswertenummer	Kupfer/ Copper [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	4,30	0,0233	0,042	0,051	
2	4,22	-0,0567	-0,10	-0,12	
3	3,91	-0,367	-0,67	-0,81	
4	4,02*	-0,262	-0,48	-0,58	
5	5,48	1,20	2,2	2,6	
6	4,80	0,523	1,0	1,2	
7	3,90	-0,377	-0,69	-0,83	
8	4,70	0,423	0,77	0,93	
9	3,45	-0,825	-1,5	-1,8	
10					
11					

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 14: Z-Scores Kupfer / Copper

4.8 Fe - Eisen / Iron in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	60,5
Median	59,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	60,3
Robuste Standardabweichung (S^*)	4,41
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,12
Variationskoeffizient (VK_r)	1,84%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	4,50
Variationskoeffizient (VK_R)	7,41%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	5,20
Zielstandardabweichung (zur Information)	4,04
Untere Grenze des Zielbereichs	49,8
Obere Grenze des Zielbereichs	70,7
Quotient S^*/σ_{pt}	0,85
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	1,84
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$	0,35
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

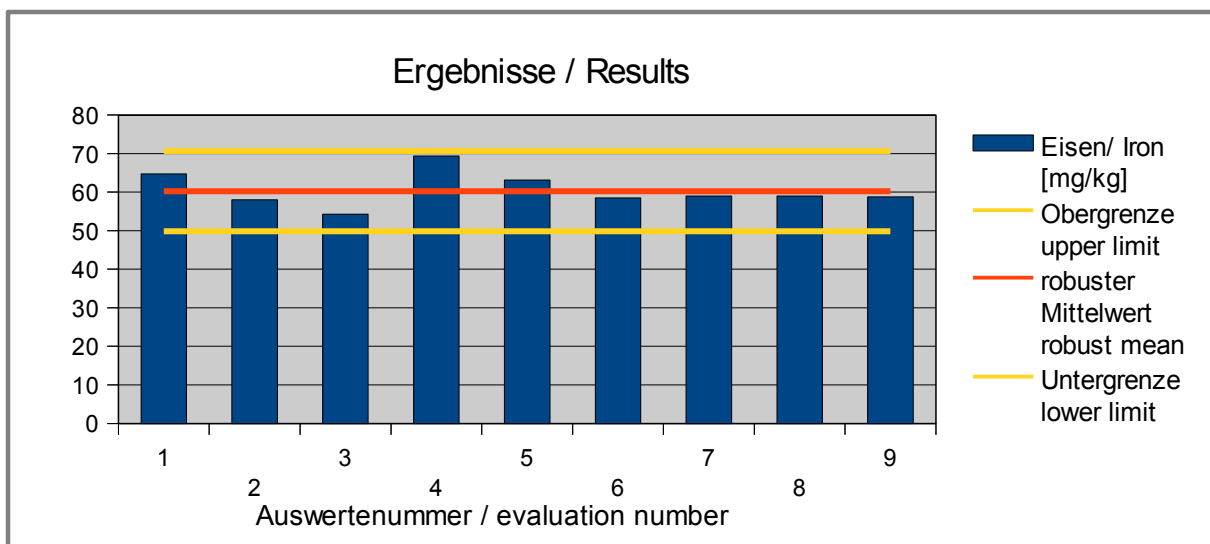


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse Eisen / Results Iron

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

Auswertenummer Evaluation number	Eisen/ Iron [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	64,7	4,45	0,86	1,1	
2	58,0	-2,25	-0,43	-0,56	
3	54,3	-5,95	-1,1	-1,5	
4	69,4*	9,13	1,8	2,3	
5	63,2	2,90	0,56	0,72	
6	58,5	-1,75	-0,34	-0,43	
7	59,0	-1,25	-0,24	-0,31	
8	59,0	-1,25	-0,24	-0,31	
9	58,8	-1,50	-0,29	-0,37	

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 16: Z-Scores Eisen / Iron

4.9 I - Iod / Iodine in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	3
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	1,44
Median	1,45
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1,44
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0365
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK_r)	
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	
Variationskoeffizient (VK_R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S^*/σ_{pt}	
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<5) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

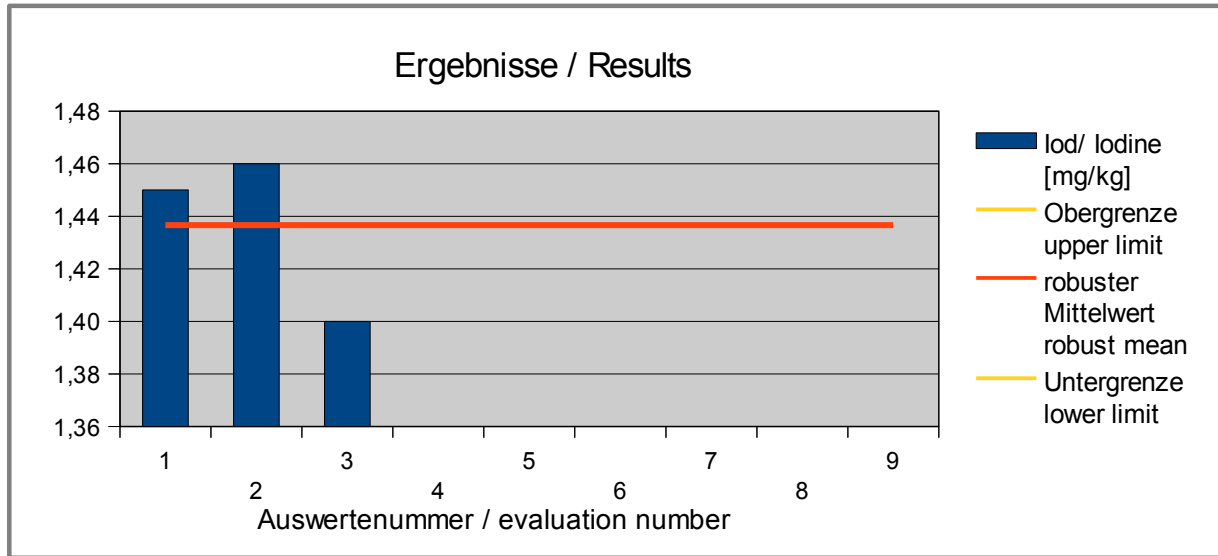


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Iod / Results Iodine

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Iod/ Iodine [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	1,45	0,0133		
2	1,46	0,0233		
3	1,40	-0,0367		
4				
5				
6				
7				
8				
9				

4.10 K - Kalium / Potassium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	4050
Median	3890
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3930
Robuste Standardabweichung (S^*)	347
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	40,2
Variationskoeffizient (VK_r)	0,989%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	632
Variationskoeffizient (VK_R)	15,6%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	181
Zielstandardabweichung (zur Information)	184
Untere Grenze des Zielbereichs	3570
Obere Grenze des Zielbereichs	4290
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	145
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,80
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

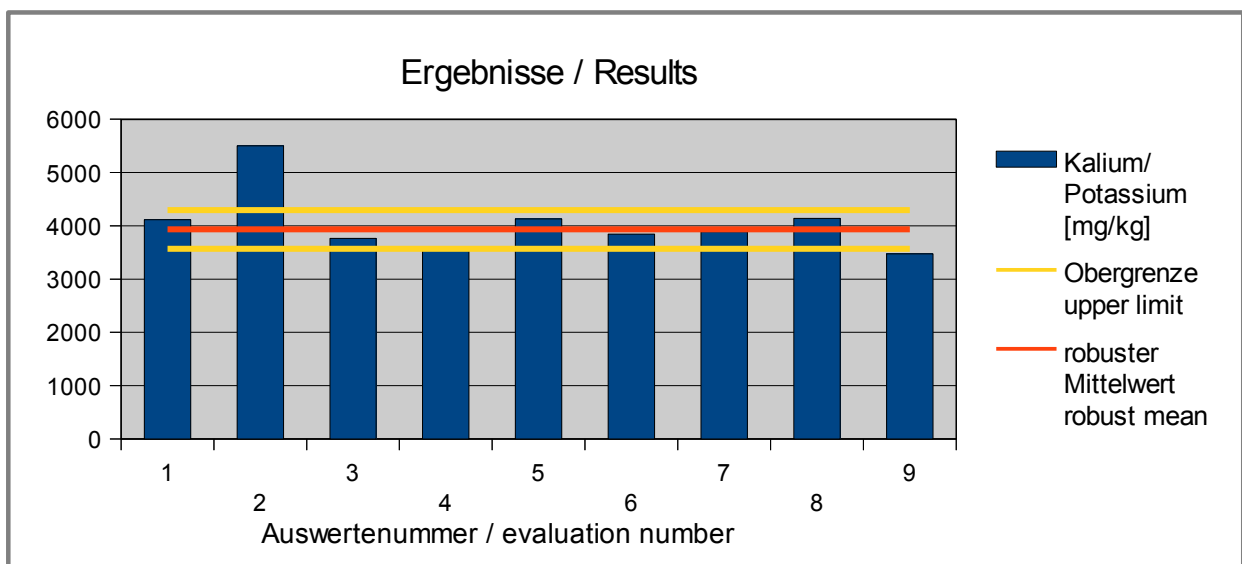


Abb. / Fig. 18: Ergebnisse Eisen / Results Iron

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

Auswertenummer Evaluation number	Kalium/ Potassium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4110	180	0,99	1,0	
2	5500	1570	8,7	8,5	
3	3760	-169	-0,94	-0,92	
4	3590*	-338	-1,9	-1,8	
5	4130	195	1,1	1,1	
6	3840	-88,4	-0,49	-0,48	
7	3890	-45,4	-0,25	-0,25	
8	4140	207	1,1	1,1	
9	3470	-460	-2,5	-2,5	

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 19: z-Scores Kalium/ Potassium

4.11 Mg - Magnesium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	1150
Median	1150
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1150
Robuste Standardabweichung (S^*)	36,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	7
Wiederholstandardabweichung (S_r)	29,9
Variationskoeffizient (VK_r)	2,60%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	46,0
Variationskoeffizient (VK_R)	4,00%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	63,7
Zielstandardabweichung (zur Information)	80,5
Untere Grenze des Zielbereichs	1020
Obere Grenze des Zielbereichs	1280
Quotient S^*/σ_{pt}	0,57
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	17,1
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,27
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	100%

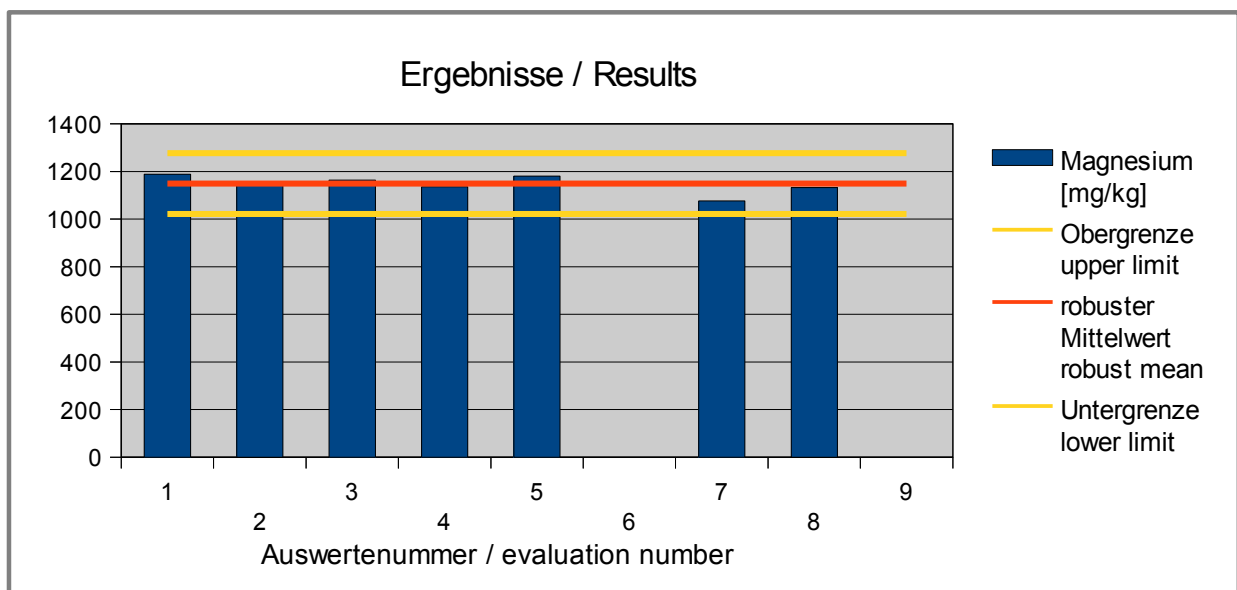


Abb. / Fig. 20: Ergebnisse Magnesium / Results Magnesium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Magnesium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	1190	38,9	0,61	0,48	
2	1150	0,908	0,014	0,011	
3	1160	14,9	0,23	0,19	
4	1140*	-14,1	-0,22	-0,17	
5	1180	30,9	0,49	0,38	
6					
7	1080	-73,1	-1,1	-0,91	
8	1130	-17,1	-0,27	-0,21	
9					

* Mittelwert von DLA berechnet

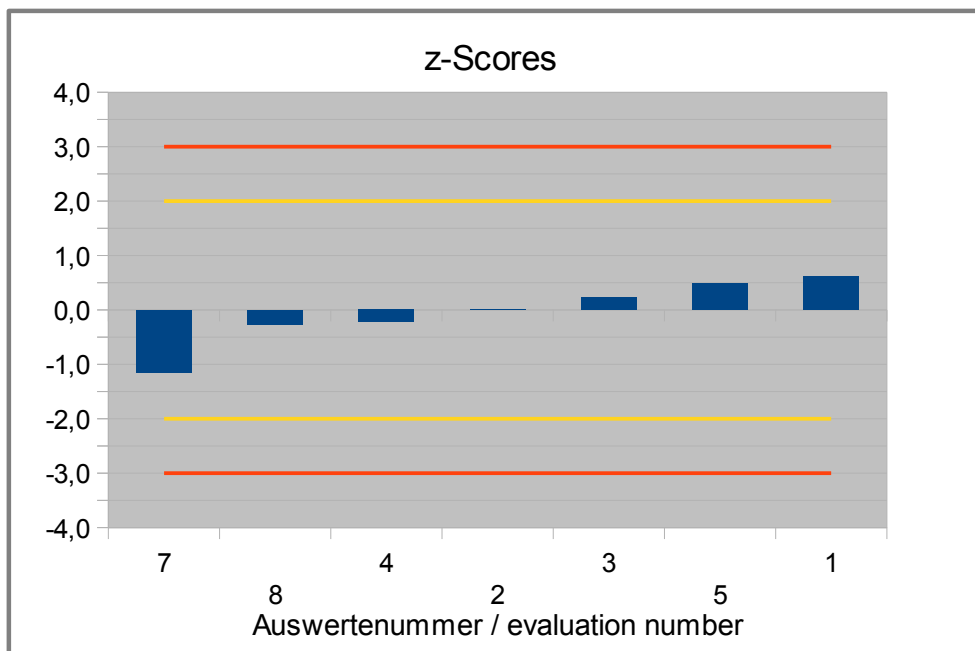


Abb. / Fig. 21: Z-Scores Magnesium

4.12 Mn – Mangan / Manganese in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	3,58
Median	3,50
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,58
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,326
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0529
Variationskoeffizient (VK_r)	1,48%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,285
Variationskoeffizient (VK_R)	7,98%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,473
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,476
Untere Grenze des Zielbereichs	2,64
Obere Grenze des Zielbereichs	4,53
Quotient S^*/σ_{pt}	0,69
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,136
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,29
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

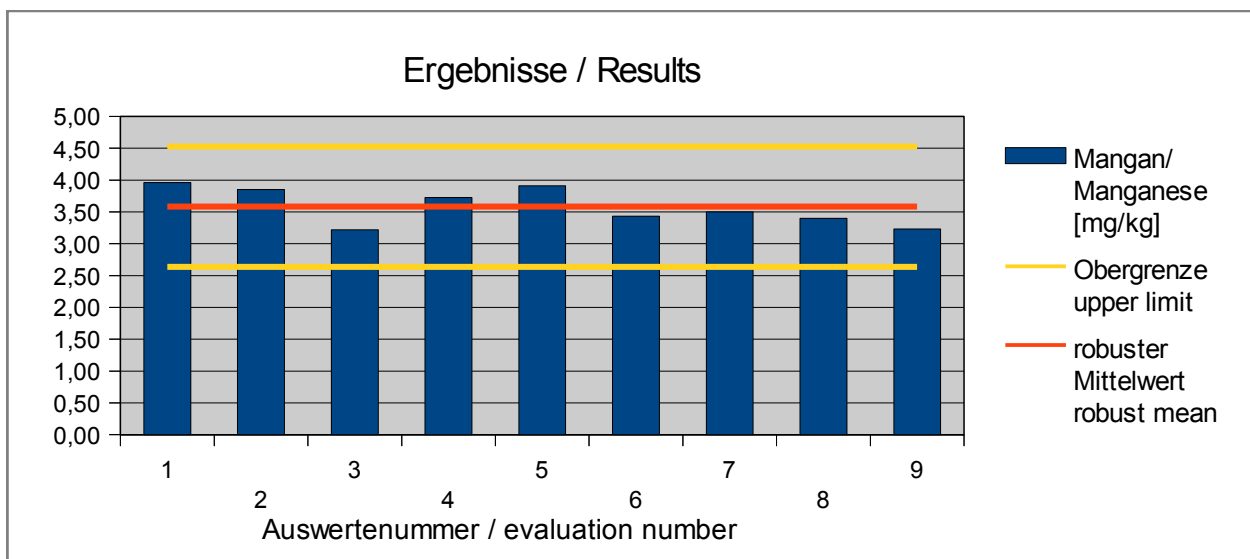


Abb. / Fig. 22: Ergebnisse Mangan / Results Manganese

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

Auswertenummer Evaluation number	Mangan/ Manganese [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,96	0,379	0,80	0,80	
2	3,85	0,269	0,57	0,57	
3	3,22	-0,361	-0,76	-0,76	
4	3,73*	0,145	0,31	0,31	
5	3,91	0,329	0,70	0,69	
6	3,43	-0,151	-0,32	-0,32	
7	3,50	-0,081	-0,17	-0,17	
8	3,40	-0,181	-0,38	-0,38	
9	3,23	-0,350	-0,74	-0,73	

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 23: z-Scores Mangan / Manganese

4.13 Mo - Molybdän / Molybdenum in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,843
Median	0,798
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,830
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,130
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0442
Variationskoeffizient (VK_r)	5,30%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,127
Variationskoeffizient (VK_R)	15,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,137
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,158
Untere Grenze des Zielbereichs	0,557
Obere Grenze des Zielbereichs	1,10
Quotient S^*/σ_{pt}	0,95
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0666
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,49
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	100%

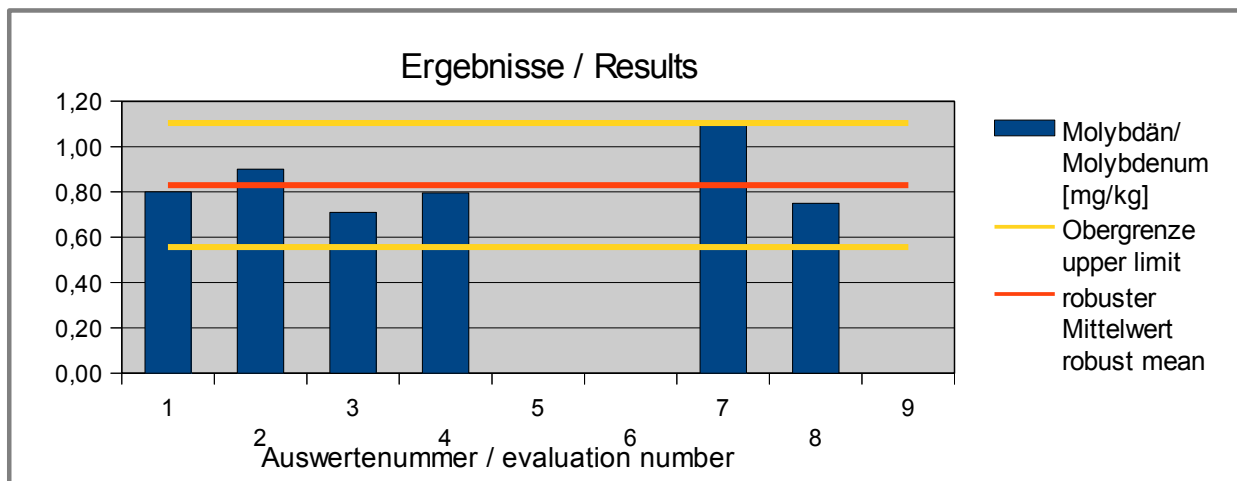


Abb. / Fig. 24: Ergebnisse Molybdän / Results Molybdenum

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

Auswertenummer Evaluation number	Molybdän/ Molybdenum [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,800	-0,0303	-0,22	-0,19	
2	0,900	0,0697	0,51	0,44	
3	0,7100	-0,120	-0,88	-0,76	
4	0,796*	-0,0343	-0,25	-0,22	
5	<1,22				BG über Zielbereich
6					
7	1,10	0,270	2,0	1,7	
8	0,750	-0,0803	-0,59	-0,51	
9					

* Mittelwert von DLA berechnet

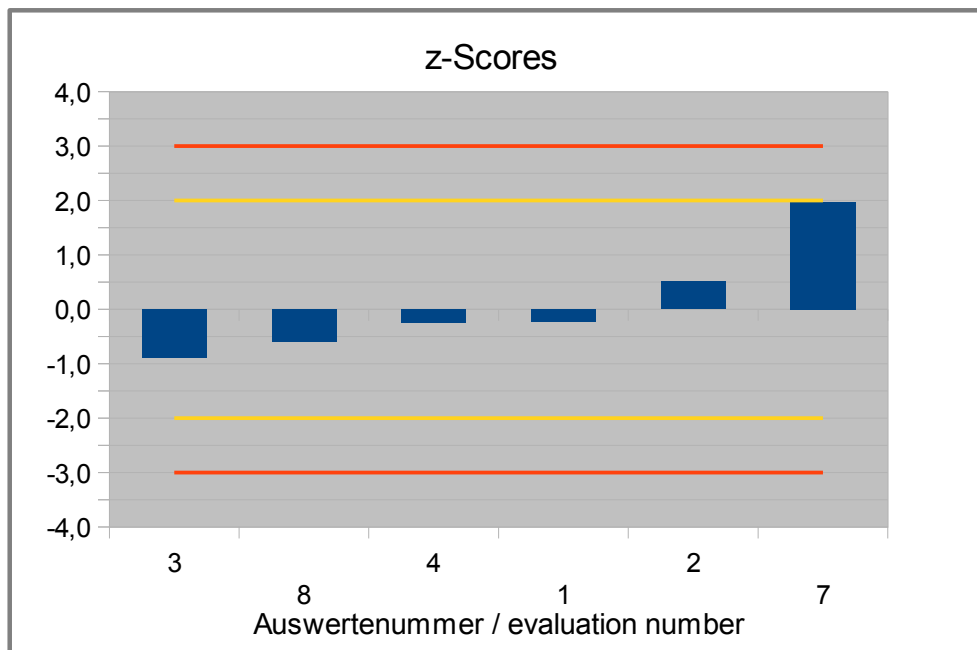


Abb. / Fig. 25: z-Scores Molybdän/ Molybdenum

4.14 Na - Natrium / Sodium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	2940
Median	2920
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	2940
Robuste Standardabweichung (S^*)	154
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	7
Wiederholstandardabweichung (S_r)	58,0
Variationskoeffizient (VK_r)	1,96%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	141
Variationskoeffizient (VK_R)	4,76%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	142
Zielstandardabweichung (zur Information)	122
Untere Grenze des Zielbereichs	2660
Obere Grenze des Zielbereichs	3230
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	72,7
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,51
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	100%

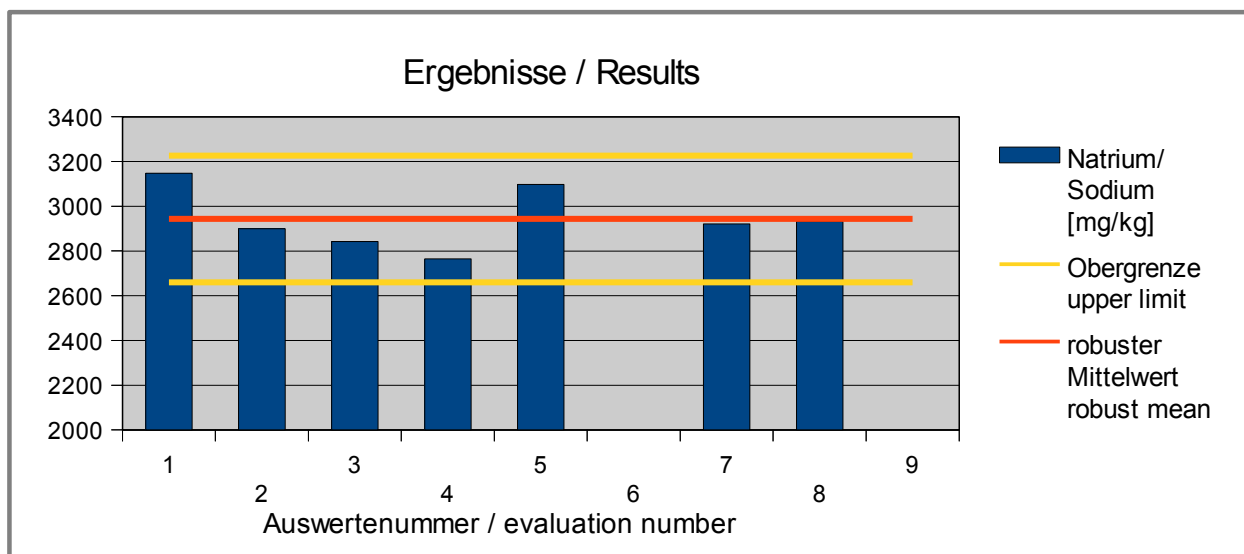


Abb. / Fig. 26: Ergebnisse Natrium / Results Sodium

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

Auswertenummer	Natrium/Sodium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	3150	204	1,4	1,7	
2	2900	-43,6	-0,31	-0,36	
3	2840	-102	-0,72	-0,83	
4	2770*	-179	-1,3	-1,5	
5	3100	154	1,1	1,3	
6					
7	2920	-22,6	-0,16	-0,19	
8	2930	-11,6	-0,082	-0,095	
9					

* Mittelwert von DLA berechnet

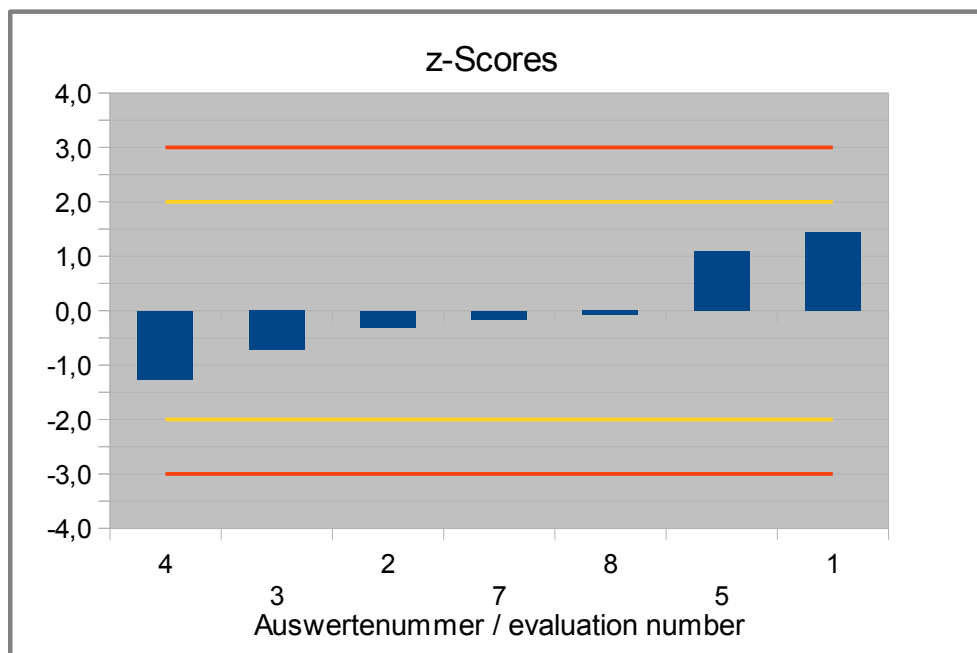


Abb. / Fig. 27: Z-Scores Natrium / Sodium

4.15 Ni - Nickel in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,418
Median	0,410
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,418
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0590
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0236
Variationskoeffizient (VK_r)	5,67%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0556
Variationskoeffizient (VK_R)	13,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0763
Untere Grenze des Zielbereichs	0,265
Obere Grenze des Zielbereichs	0,571
Quotient S^*/σ_{pt}	0,77
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0301
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,39
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	100%

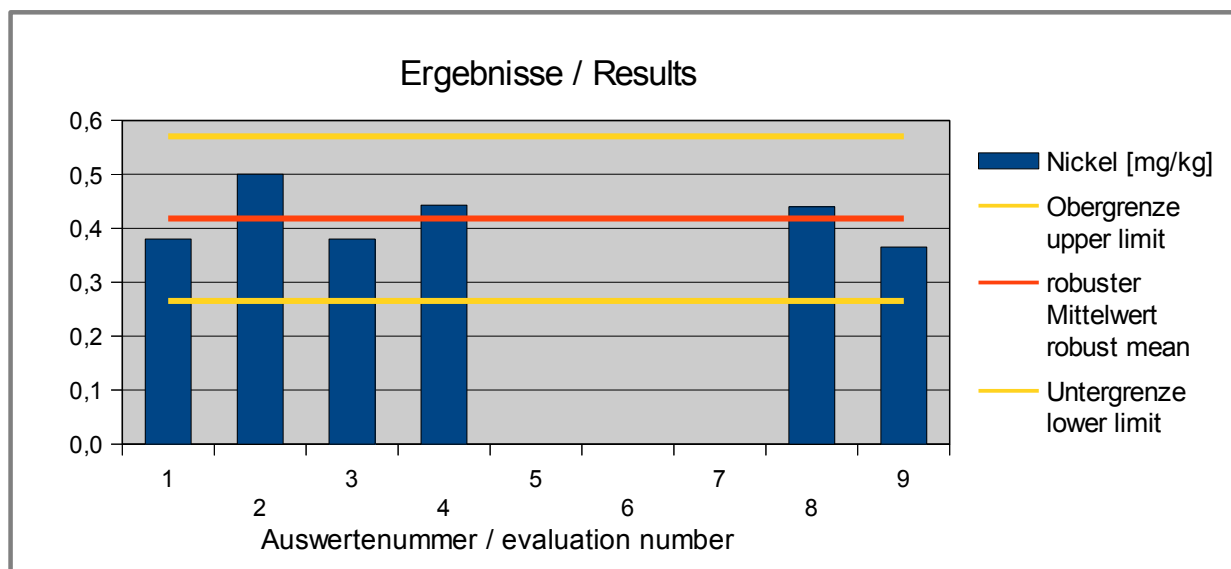


Abb. / Fig. 28: Ergebnisse Nickel / Results Nickel

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

Auswertenummer Evaluation number	Nickel [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	0,380	-0,0380	-0,50	
2	0,500	0,0820	1,1	
3	0,380	-0,0380	-0,50	
4	0,443*	0,0250	0,33	
5	<1,22			BG über Zielbereich
6				
7	<0,50			BG im Zielbereich
8	0,440	0,0220	0,29	
9	0,365	-0,0530	-0,69	

* Mittelwert von DLA berechnet

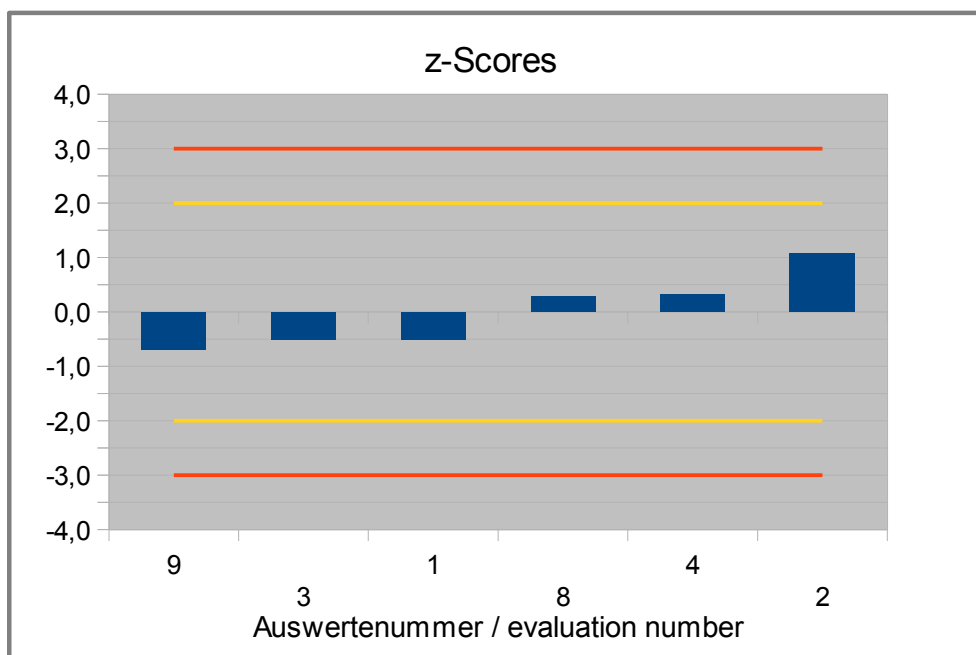


Abb. / Fig. 29: z-Scores Nickel

4.16 P - Phosphor / Phosphorus in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	4870
Median	4930
Robuster Mittelwert (X_{pt})	4870
Robuste Standardabweichung (S^*)	386
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	50,8
Variationskoeffizient (VK_r)	1,04%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	375
Variationskoeffizient (VK_R)	7,65%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	217
Zielstandardabweichung (zur Information)	365
Untere Grenze des Zielbereichs	4440
Obere Grenze des Zielbereichs	5310
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	197
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,91
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	100%

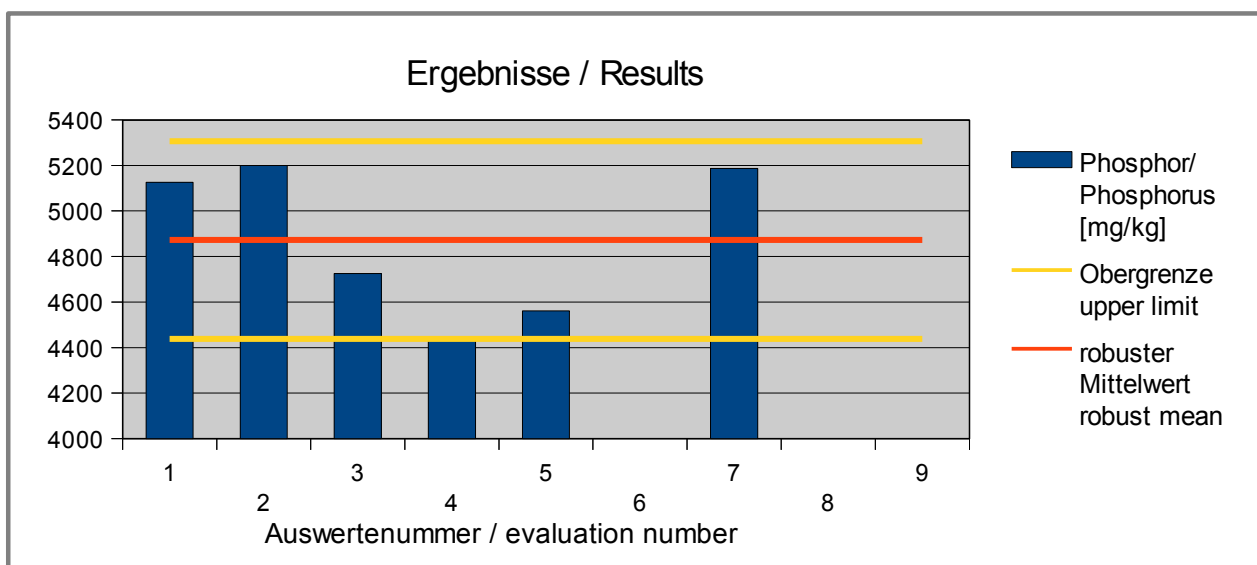


Abb. / Fig. 30: Ergebnisse Phosphor / Results Phosphorus

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

Auswertenummer Evaluation number	Phosphor/ Phosphorus [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	5130	253	1,2	0,70	
2	5200	327	1,5	0,90	
3	4730	-148	-0,7	-0,40	
4	4440*	-436	-2,0	-1,2	
5	4560	-312	-1,4	-0,85	
6					
7	5190	314	1,4	0,86	
8					
9					
10					
11					

* Mittelwert von DLA berechnet

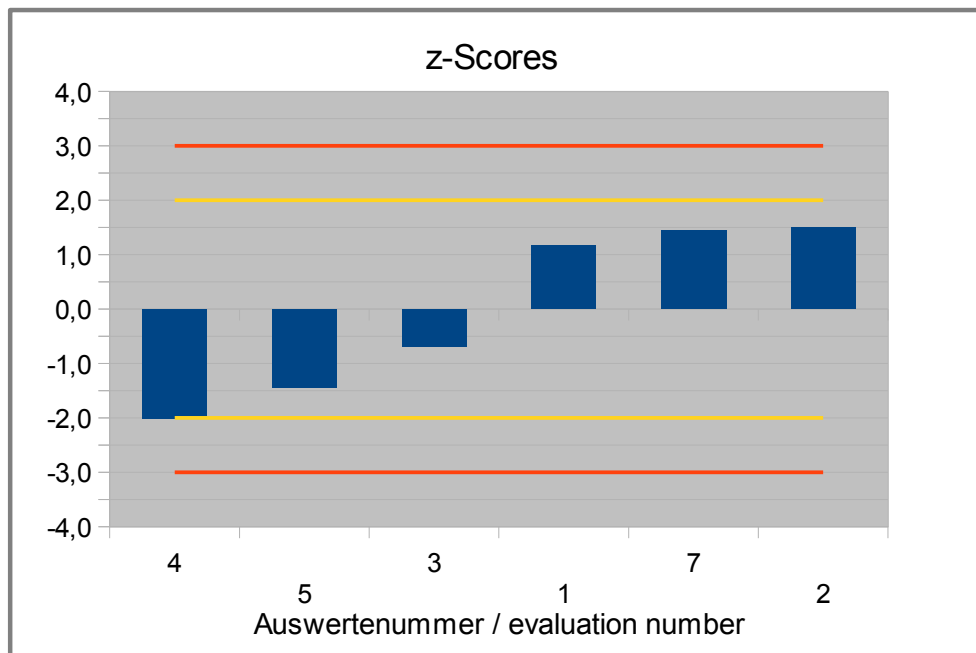


Abb. / Fig. 31: Z-Scores Phosphor / Phosphorus

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	2
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	2,54
Median	2,54
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,54
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,449
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK_r)	
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	
Variationskoeffizient (VK_R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S^*/σ_{pt}	
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	
Ergebnisse im Zielbereich	

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<5) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

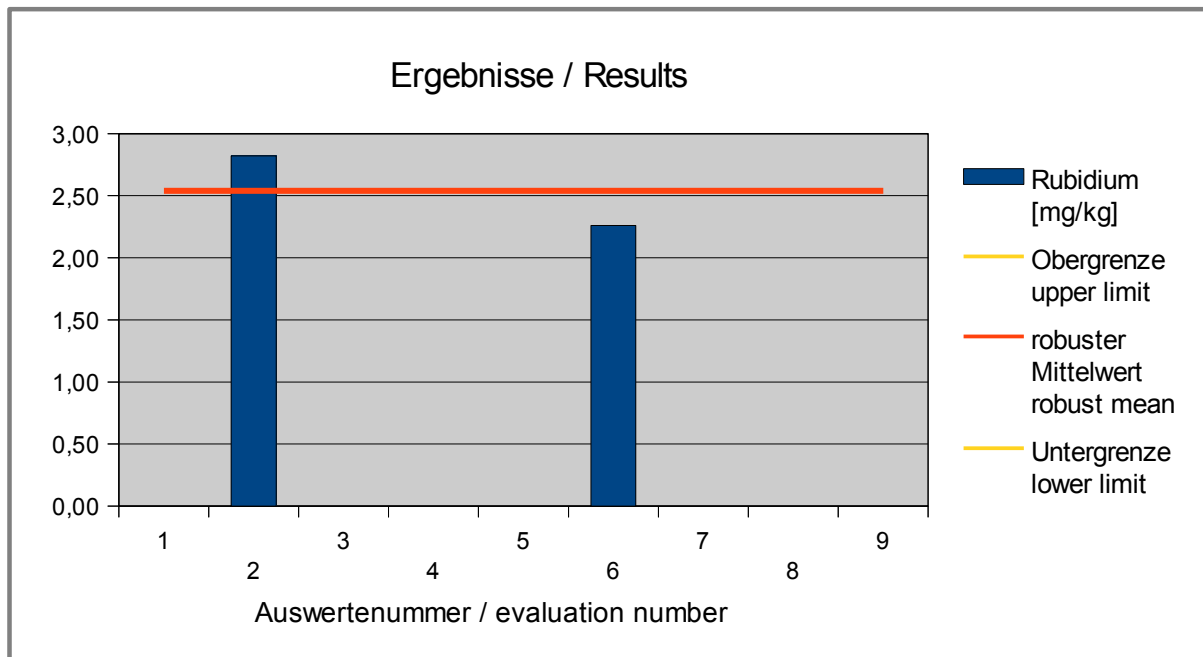


Abb. / Fig. 32: Ergebnisse Rubidium / Results Rubidium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Rubidium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1				
2	2,82	0,280		
3				
4				
5				
6	2,26	-0,280		
7				
8				
9				

4.18 Se - Selen in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	0,219
Median	0,210
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,219
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0461
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0154
Variationskoeffizient (VK_r)	7,18%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0341
Variationskoeffizient (VK_R)	15,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0440
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0256
Untere Grenze des Zielbereichs	0,131
Obere Grenze des Zielbereichs	0,307
Quotient S^*/σ_{pt}	1,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0236
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,54
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	100%

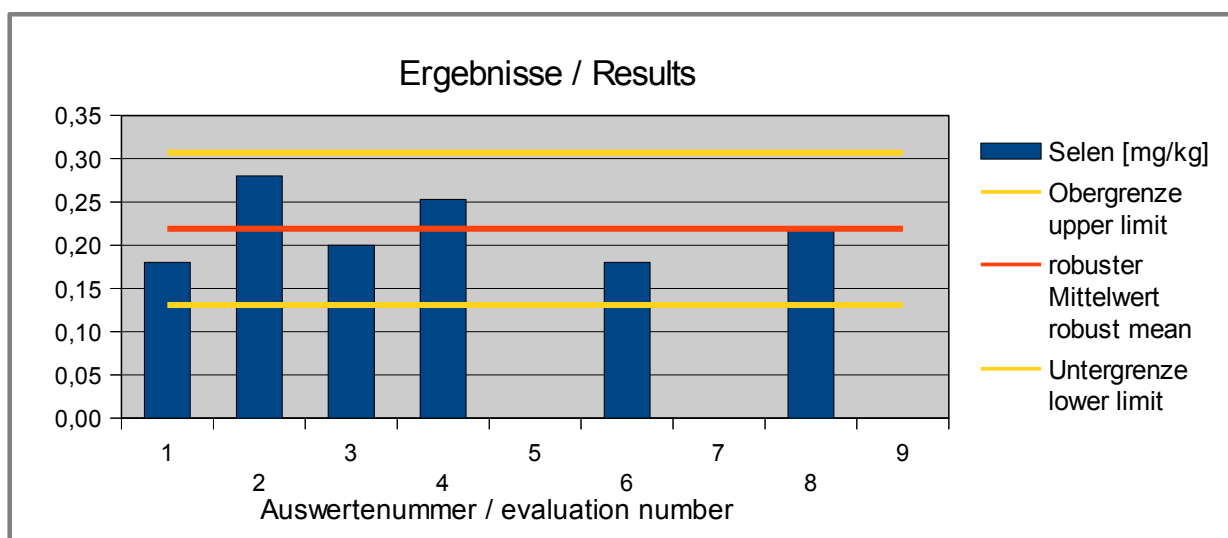


Abb. / Fig. 33: Ergebnisse Selen / Results Selen

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

Auswertenummer Evaluation number	Selen [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,180	-0,0388	-0,88	-1,5	
2	0,280	0,0612	1,4	2,4	
3	0,200	-0,0188	-0,43	-0,74	
4	0,253*	0,0342	0,78	1,3	
5	<1,22				BG über Zielbereich
6	0,180	-0,0388	-0,88	-1,5	
7					
8	0,220	0,00117	0,027	0,046	
9					

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 34: z-Scores Selen

4.19 Zn - Zink / Zinc in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	109
Median	106
Robuster Mittelwert (x_{pt})	109
Robuste Standardabweichung (S^*)	15,2
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	4,19
Variationskoeffizient (VK_r)	3,93%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	12,3
Variationskoeffizient (VK_R)	12%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	8,57
Zielstandardabweichung (zur Information)	7,20
Untere Grenze des Zielbereichs	91,4
Obere Grenze des Zielbereichs	126
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	6,32
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$	0,74
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

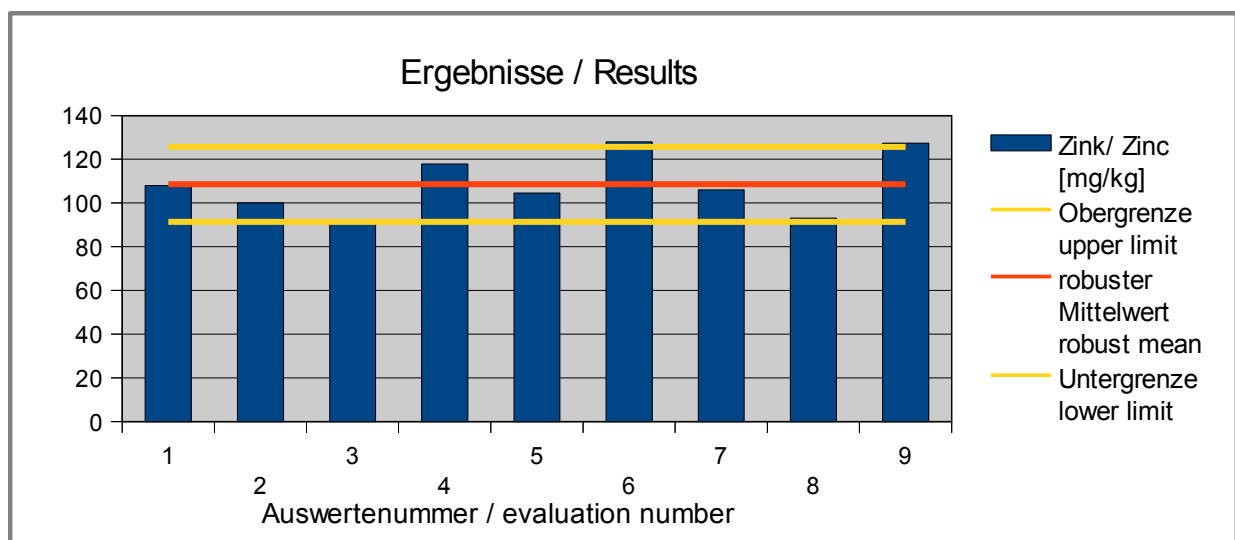


Abb. / Fig. 35: Ergebnisse Zink / Results Zinc

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

Auswertenummer	Zink/ Zinc [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	108	-0,506	-0,059	-0,070	
2	100	-8,51	-0,99	-1,2	
3	91,8	-16,7	-1,9	-2,3	
4	118*	9,34	1,1	1,3	
5	105	-4,01	-0,47	-0,56	
6	128	19,5	2,3	2,7	
7	106	-2,51	-0,29	-0,35	
8	93,1	-15,4	-1,8	-2,1	
9	127	18,8	2,2	2,6	

* Mittelwert von DLA berechnet



Abb. / Fig. 36: 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

5.1.1.1 Aluminium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	7,22	7,39	7,04		nein	
2	18	78	03.05.18	5,8	6,1	5,9	0,1	ja	100
3	10	86	07.05.	5,89	5,83	5,94	3	nein	
4	76	20	30.04.		13,2	13,4	1	nein	
5	29	67							
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	5,1	5,1	5,1	0,5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	4,8	4,9	4,7		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	3,239	3,019	3,458	0,3	nein	

5.1.1.2 Barium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr. 2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs-grenze	Inkl. WF	Wiederfin-dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	16.05.18	0,65	0,65	0,65		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,7	0,7	0,7	0,05	ja	100
3	10	86	15.05.	0,65	0,65	0,65	0,09	nein	
4	76	20	30.04.		0,81	0,83	0,01	nein	
5	29	67							
6	28	68							
7	46	50	-	-	-	-	-	-	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,72	0,69	0,74		nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.3 Calcium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr. 2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	7214	7202	7226		nein	
2	18	78	3,5,2018	6700	6800	6750	100	ja	100
3	10	86	16.05.	6313	6276	6349	18	nein	
4	76	20	30.04.		6412	6444	200	nein	
5	29	67	25.05.18	6504	6527	6481			
6	28	68	31.05.18	5250	5183	5316		nein	
7	46	50	09.05.18	6688	6648	6728	25	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	6593	6864	6322		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	6550,6	6588,48	6512,782	30	nein	

5.1.1.4 Cadmium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	
1	17	79	16.05.18	<0,01	<0,01	<0,01		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,013	0,014	0,014	0,01	ja	100
3	10	86	07.05.	0,010	0,010	0,010	0,03	nein	
4	76	20	30.04.		0,0081	0,0087	0,002	nein	
5	29	67	29.05.18	0,012	0,014	0,01			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	<0,050	<0,050	<0,050	0,05	nein	
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,011	0,01	0,012	0,007	nein	n/a
9	32	64	27.05.18	0,015	0,014	0,015	0,006	nein	

5.1.1.5 Kobalt

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs-grenze	Inkl. WF	Wiederfin-dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	16.05.18	0,039	0,037	0,041		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,047	0,047	0,05	0,01	ja	100
3	10	86	15.05.	0,036	0,036	0,036	0,03	nein	
4	76	20	30.04.		0,033	0,035	0,01	nein	
5	29	67	29.05.18		<1.19	<1.22			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	<0,050	<0,050	<0,050	0,05	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,038	0,036	0,04		nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.6 Chrom

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs-grenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	16.05.18	0,22	0,2	0,23		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,18	0,19	0,2	0,1	ja	100
3	10	86	07.05.	0,15	0,15	0,15	0,06	nein	
4	76	20	30.04.		0,258	0,267	0,02	nein	
5	29	67	25.05.18		<1.19	<1.22			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	0,37	0,39	0,35	0,05	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,2	0,19	0,21	0,02	nein	n/a
9	32	64	27.05.18	0,207	0,197	0,218	0,06	nein	

5.1.1.7 Kupfer

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	4,3	4,35	4,24		nein	
2	18	78	3,5,2018	4,22	4,32	4,3	0,1	ja	100
3	10	86	07.05.	3,91	3,8	4,02	0,06	nein	
4	76	20	30.04.		3,967	4,063	0,01	nein	
5	29	67	25.05.18	5,48	5,64	5,32			
6	28	68	31.05.18	4,8	4,9	4,6		nein	
7	46	50	09.05.18	3,9	3,9	3,9	0,5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	4,7	5,06	4,36		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	3,452	3,519	3,386	0,06	nein	

5.1.1.8 Eisen

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs- grenze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of deter- mination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	64,7	65,1	64,2		nein	
2	18	78	3,5,2018	58	60	59	0,5	ja	100
3	10	86	07.05.	54,3	53,9	54,6	3	nein	
4	76	20	30.04.		68,73	70,04	0,1	nein	
5	29	67	25.05.18	63,15	64,6	61,7			
6	28	68	31.05.18	58,5	58,3	58,6		nein	
7	46	50	09.05.18	59	58	59	0,5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	59	57,5	60,5		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	58,75	58,744	58,748	0,6	nein	

5.1.1.9 Iod

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	16.05.18	1,45	1,44	1,45		nein	
2	18	78	3,5,2018	1,46	1,5	1,5	0,05	ja	100
3	10	86	18.05.	1,4	1,4	1,41	0,1	nein	
4	76	20							
5	29	67							
6	28	68							
7	46	50	-	-	-	-	-	-	-
8	77	19							
9	32	64							

5.1.1.10 Kalium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	00:00:00	4111	4121	4101		nein	
2	18	78	3,5,2018	5500	5650	5600	50	ja	100
3	10	86	16.05.	3762	3754	3770	18	nein	
4	76	20	30.04.		3582	3604	100	nein	
5	29	67	25.05.18	4126,5	4192	4061			
6	28	68	31,05.2018	3843	3846	3840		nein	
7	46	50	09.05.18	3886	3874	3898	25	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	4138	4104	4171		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	3470,9	3498,874	3442,897	3000	nein	

5.1.1.11 Magnesium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs-grenze	Inkl. WF	Wiederfin-dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	1188	1162	1214		nein	
2	18	78	3,5,2018	1150	1200	1175	20	ja	100
3	10	86	16.05.	1164	1144	1185	6	nein	
4	76	20	30.04.		1130	1140	100	nein	
5	29	67	25.05.18	1180	1158	1202			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	1076	1077	1074	25	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	1132	1169	1095		nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.12 Mangan

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs- grenze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	3,96	3,95	3,97		nein	
2	18	78	3,5,2018	3,85	3,81	3,8	0,1	ja	100
3	10	86	08.05.	3,22	3,19	3,25	0,03	nein	
4	76	20	30.04.		3,703	3,749	0,02	nein	
5	29	67	25.05.18	3,91	3,93	3,89			
6	28	68	31.05.18	3,43	3,4	3,45		nein	
7	46	50	09.05.18	3,5	3,5	3,5	0,05	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	3,4	3,3	3,5		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	3,231	3,231	3,23	0,06	nein	

5.1.1.13 Molybdän

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	16.05.18	0,8	0,84	0,76		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,9	0,9	0,9	0,2	ja	100
3	10	86	15.05.	0,71	0,7	0,72	0,03	nein	
4	76	20	30.04.		0,788	0,804	0,01	nein	
5	29	67	25.05.18		<1.19	<1.22			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	1,1	1,1	1	0,5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,75	0,71	0,79		nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.14 Natrium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	3148	3162	3134		nein	
2	18	78	3,5,2018	2900	3000	2950	20	ja	100
3	10	86	16.05.	2842	2808	2876	9	nein	
4	76	20	30.04.		2759	2770	100	nein	
5	29	67	25.05.18	3097,5	3145	3050			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	2921	2894	2947	5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	2932	3014	2849		nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.15 Nickel

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	0,38	0,34	0,41		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,5	0,5	0,5	0,1	ja	100
3	10	86	07.05.	0,38	0,37	0,38	0,2	nein	
4	76	20	30.04.		0,433	0,453	0,01	nein	
5	29	67	25.05.18		<1.19	<1.22			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	<0,50	<0,50	<0,50	0,5	nein	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,44	0,45	0,42	0,02	nein	n/a
9	32	64	27.05.18	0,365	0,375	0,356	0,06	nein	

5.1.1.16 Phosphor

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	5126	5121	5131		nein	
2	18	78	3,5,2018	5200	5400	5300	100	ja	100
3	10	86	28.05.	4725	4694	4756	9	nein	
4	76	20	30.04.		4439	4434	100	nein	
5	29	67	25.05.18	4561	4576	4546			
6	28	68							
7	46	50	09.05.18	5187	5123	5250	25	nein	-
8	77	19							
9	32	64							

5.1.1.17 Rubidium

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79							
2	18	78	3,5,2018	2,82	2,86	2,8	0,1	ja	100
3	10	86	nicht untersucht						
4	76	20							
5	29	67							
6	28	68	31.05.18	2,26	2,33	2,18		nein	
7	46	50	-	-	-	-	-	-	-
8	77	19							
9	32	64							

5.1.1.18 Selen

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungs- grenze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	31.05.18	0,18	0,18	0,18		nein	
2	18	78	3,5,2018	0,28	0,25	0,25	0,05	ja	100
3	10	86	15.05.	0,2	0,2	0,2	0,03	nein	
4	76	20	30.04.		0,249	0,257	0,1	nein	
5	29	67	25.05.18		<1.19	<1.22			
6	28	68	31.05.18	0,18	0,19	0,176		nein	
7	46	50	-	-	-	-	-	-	-
8	77	19	03.05- 01.06.2018	0,22	0,199	0,25	0,05	nein	n/a
9	32	64							

5.1.1.19 Zink

Teilnehmer	Proben Nr. 1	Proben Nr.2	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis 1	Ergebnis 2	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No.1	Sample No. 2	Date of analysis	Result (Mean)	Result 1	Result 2	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	17	79	29.05.18	108	108	107		nein	
2	18	78	3,5,2018	100	105	103	1	ja	100
3	10	86	07.05.	91,8	85,9	97,6	0,9	nein	
4	76	20	30.04.		117,4	118,3	0,1	nein	
5	29	67	25.05.18	104,5	102	107			
6	28	68	31.05.18	128	132	124		nein	
7	46	50	09.05.18	106	107	104	5	nein	-
8	77	19	03.05-01.06.2018	93,1	89,9	96,2		nein	n/a
9	32	64	27.05.18	127,3	3498,874*	3442,897*	0,3	nein	

* Werte wohl von Kalium einkopiert, wurden für die Auswertung von Zink nicht berücksichtigt

5.1.2 Analytische Methoden**5.1.2.1 Aluminium**

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Al mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5	AOAC 993.14 (modifiziert)	Mikrowellen-Aufschluss	AOAC 993.14	Externe Kalibration	nein	Ja	
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibration und internes Referenzmaterial	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen-Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.2 Barium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Ba mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		nein	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	-			-	-	-	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO ₃ /HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.3 Calcium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Ca mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 11885	Mikrowellen- Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement- Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenz- analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck- aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.4 Cadmium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 17294					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Cd mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen- Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO ₃ /HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck- aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.5 Kobalt / Colbat

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 17294					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Co mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		nein	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.6 Chrom / Chromium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 17294					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Cr mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO ₃ /HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.7 Kupfer / Copper

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Cu mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.8 Eisen / Iron

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Fe mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.9 Iod / Iodine

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 15111					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Iod ICP-MS, DIN/EN 15111, mod.	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4							
5							
6							
7	-			-	-	-	
8							
9							

5.1.2.10 Kalium / Pottasium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	K mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 11885	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO ₃	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO ₃ /HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.11 Magnesium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Mg mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 11885	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.12 Mangan / Manganese

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Mn mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck-aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.13 Molybdän / Molybdenum

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 17294					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Mo mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.14 Natrium / Sodium

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Na mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 11885	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES -Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.15 Nickel

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Ni mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschlus s	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen- Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelement- Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruck- aufschluss	ICP-OES			ja	

5.1.2.16 Phosphor / Phosphorus

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 11885					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	P mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		nein	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6							
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8							
9							

5.1.2.17 Rubidium

Teilnehmer	Methoden- beschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1							
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3							
4							
5							
6	totale Röntgenfluoresze nalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Säureaufschluss	65%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	-			-	-	-	
8							
9							

5.1.2.18 Selen

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN 38405-D 23					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Se mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In			
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenz-analyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	-			-	-	-	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9							

5.1.2.19 Zink / Zinc

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	DIN EN 17294					ja	
2	EN 17294-2	EN 15763	Mikrowellen Druckaufschluss			Ja	
3	Zn mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss	mischen	ICP-MS	ext. mit IS In		ja	
4	DIN EN ISO 17294-2	Mikrowellen-Aufschluss		Kalibrierung mittels Einzelelement-Standards	nein	ja	
5							
6	totale Röntgenfluoreszenzanalyse nach Hausmethode	manuelle Durchmischung	100 mg	Nassmahlprozess mit Kugelmühle	20%ige HNO3	interner Standard / Gallium	nein
7	ICP-OES - Hausmethode PNTA0141			Externe Kalibrierung und internes RM	nein	Ja	
8	ICP-MS	Mikrowellen Aufschluss HNO3/HCl			nein	nein	
9	DIN ISO 11885 (E22)	Mikrowellendruckaufschluss	ICP-OES			ja	

5.2 Homogenität

5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben

Homogenitätsprüfung anhand der Bestimmung von Kupfer mittels ICP-MS:

Wiederholmessungen	mg/kg	
1	4,52	
2	4,39	
3	4,42	
4	4,68	
5	4,54	
Allgemeiner Mittelwert:	4,51	
Wiederholstandardabweichung:	0,114	△ 2,54 %

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:

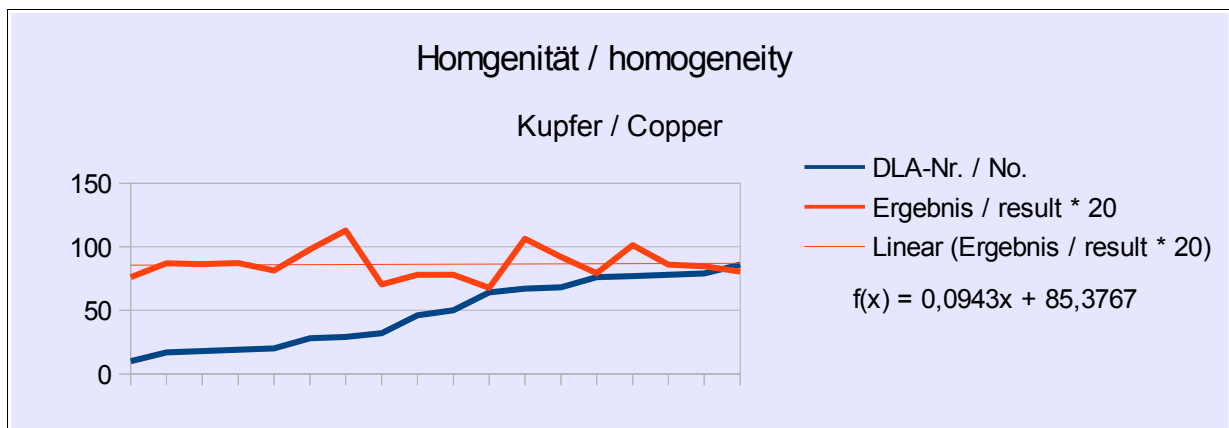


Abb./Fig. 37:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1*20 dargestellt)
trend line function sample number vs. results (1*20 shown)

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

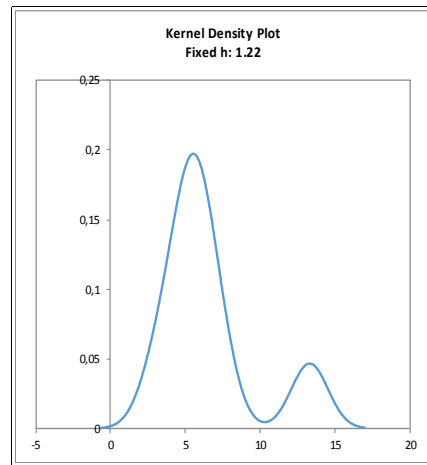
Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Einzel-Teilnehmerergebnisse (mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

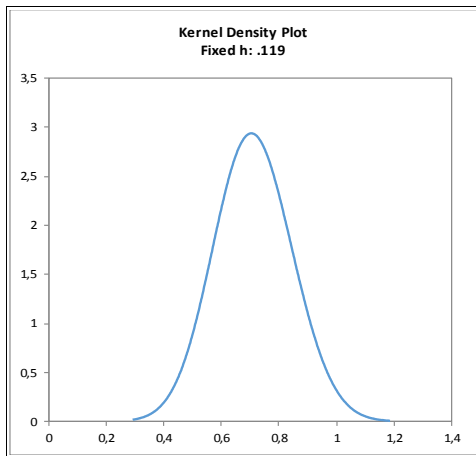
Figures:

Kernel density plots of participants' single results (with $h = \sigma_{pt}$ of X_{pt})

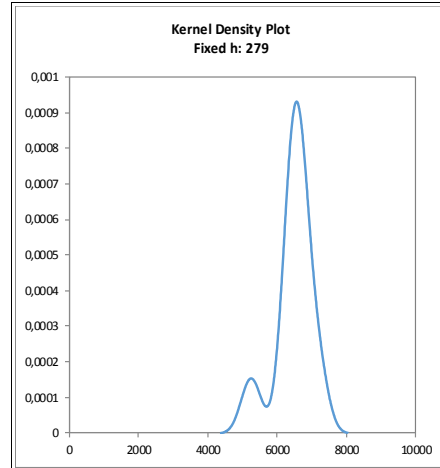
Aluminium



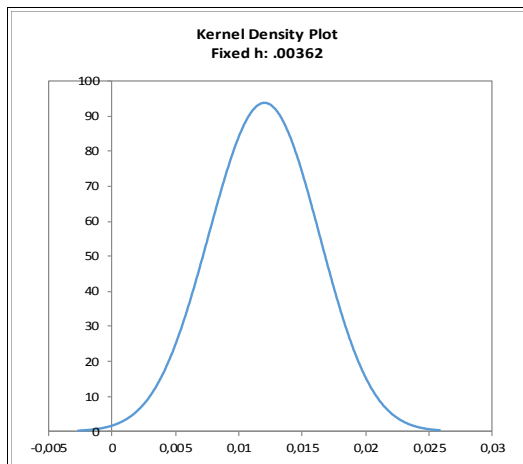
Barium



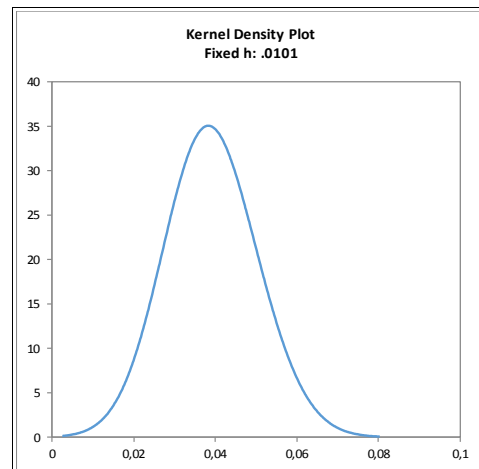
Calcium



Cadmium



Cobalt



Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Einzel-Teilnehmerergebnisse

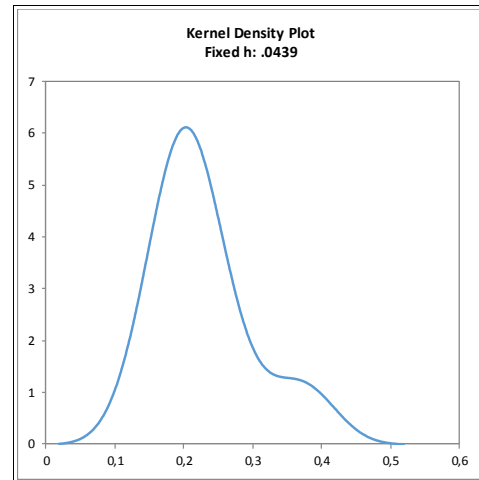
(mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Figures:

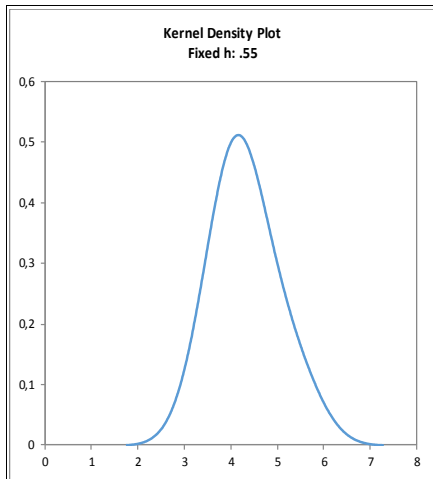
Kernel density plots of participants' single results

(with $h = \sigma_{pt}$ of X_{pt})

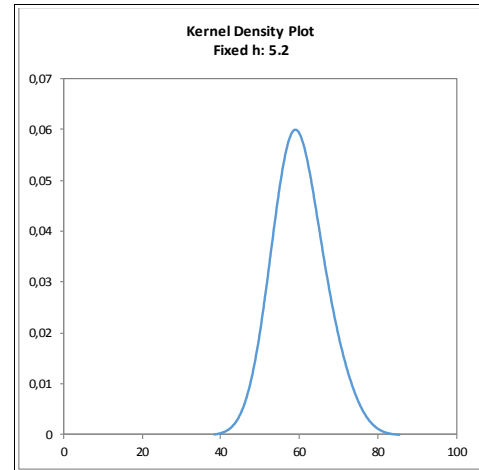
Chrom/ chromium



Kupfer / Copper



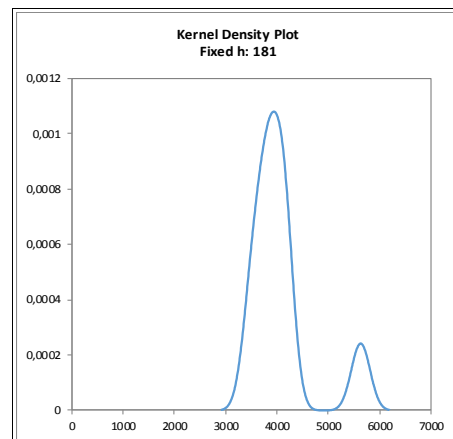
Eisen / Iron



Iod/ Iodine

< 8 Ergebnisse /
< 8 Results

Kalium / Potassium



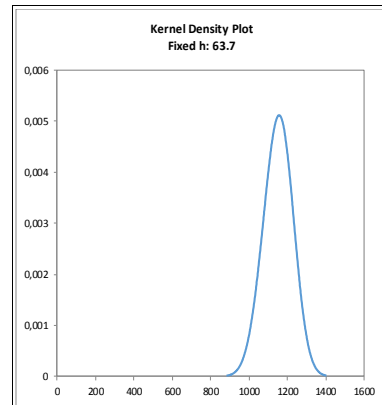
Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Einzel-Teilnehmerergebnisse (mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

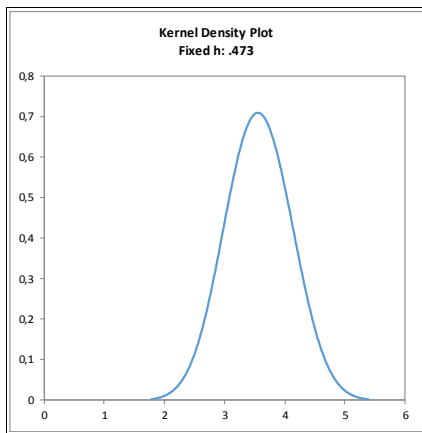
Figures:

Kernel density plots of participants' single results (with $h = \sigma_{pt}$ of X_{pt})

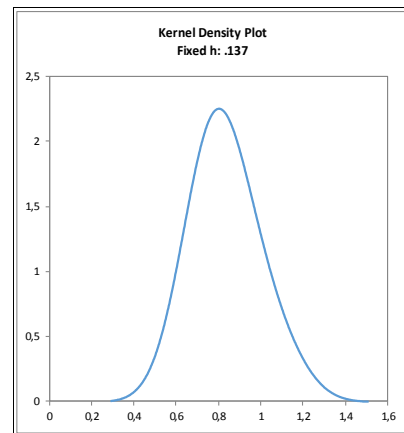
Magnesium



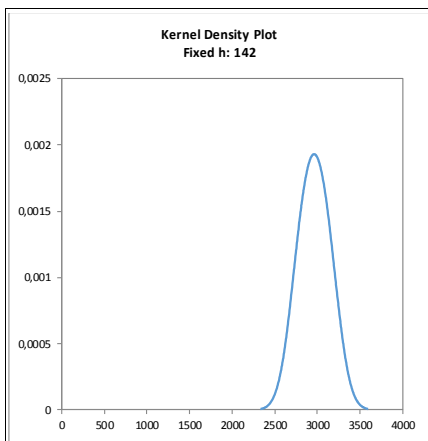
Mangan / Manganese



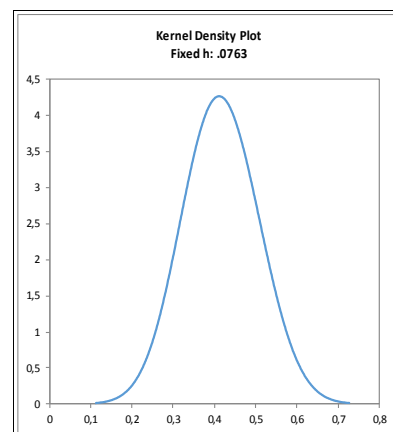
Molybdän / Molybdenum

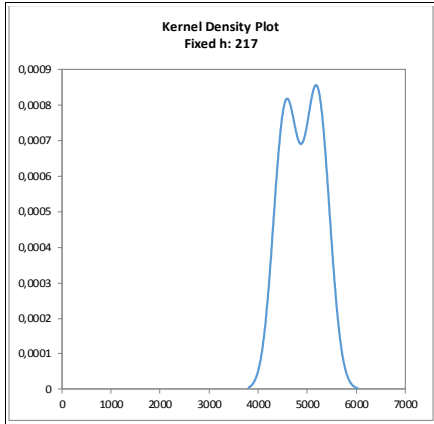
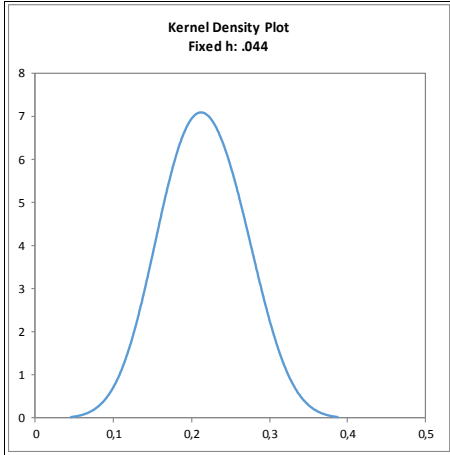
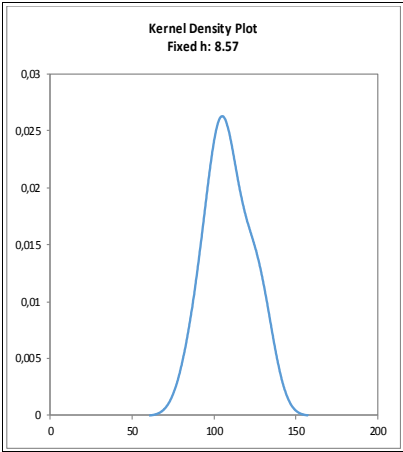


Natrium/ Sodium



Nickel



<p>Abbildungen: Kerndichte-Schätzungen der Einzel-Teilnehmerergebnis- se (mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})</p> <p>Figures: Kernel density plots of participants' single results (with $h = \sigma_{pt}$ of X_{pt})</p>	<p>Phosphor / Phosphorus</p> 
<p>Rubidium</p> <p>< 8 Ergebnisse / < 8 Results</p>	<p>Selen</p> 
<p>Zink / Zinc</p> 	

5.4 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

Vor der LVU werden dem Teilnehmern im Proben-Anschreiben folgende Informationen mitgeteilt:

Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

EP-Nummer	DLA 49–2018
EP-Name	Schwermetalle und Spurenelemente in Lebensmittel, ca. 20 Elemente
Probenmatrix*	Proben I + II: Magermilch-Erzeugnis
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben je 8 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: gekühlt 2 - 10 °C
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, I, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Rb, 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 I und II sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe I und II), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 08. Juni 2018
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Gerhard Wichmann

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

<u>Teilnehmer/ Participant</u>	<u>Ort/ Town</u>	<u>LandCountry</u>
		Deutschland
		Deutschland
		USA
		ESTLAND
		SÜDKOREA
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by 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 49/2018 - Schwermetalle und Spurenelemente

Von 11 Teilnehmer haben 9 Teilnehmer Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von allen Parametern in einem diätetischen Lebensmittel mit Milch- und Soja-Eiweiß erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz, sofern mindestens 5 quantitative Ergebnisse vorlagen. Es lagen 70% bis 100% Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

2 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Spanien, Estland) und zwei Teilnehmer im außereuropäischen Bereich (USA, Südkorea).