

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht
Laborvergleichsuntersuchung

DLA 53/2018

Kosmetische Mittel III:
Allergene Duftstoffe
in Hautcreme

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

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

Koordinator der LVU:
Dr. Matthias Besler-Scharf

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

<p><i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i></p>	<p>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Matthias Besler-Scharf und Alexandra Scharf MSc. Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<p><i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i></p>	<p>DLA 53/2018</p>
<p><i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i></p>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf</p>
<p><i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i></p>	<p>Abschlussbericht / Final report (9. Januar 2019) 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>
<p><i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i></p>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 9. Januar 2019</p>
<p><i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i></p>	<p>Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben. 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>
<p><i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i></p>	<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. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	6
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	7
2.3 Ergebnisübermittlung.....	7
3. Auswertung.....	8
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	8
3.2 Robuste Standardabweichung.....	8
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	8
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	9
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	9
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	10
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	11
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	12
3.7 z-Score.....	12
3.8 z'-Score.....	14
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	14
3.10 Quotient S*/opt.....	15
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	15
4. Ergebnisse.....	16
4.1 Alpha-Isomethyl Ionone in mg/kg.....	18
4.2 Benzyl Alcohol in mg/kg.....	20
4.3 Benzyl Benzoate in mg/kg.....	22
4.4 Benzyl Salicylate in mg/kg.....	24
4.5 Butylphenyl Methylpropional in mg/kg.....	26
4.6 Cinnamal in mg/kg.....	28
4.7 Citral in mg/kg.....	30
4.8 Citronellol in mg/kg.....	32
4.9 Coumarin in mg/kg.....	34
4.10 Eugenol in mg/kg.....	36
4.11 Geraniol in mg/kg.....	38
4.12 Hexylcinnamaldehyd in mg/kg.....	40
4.13 Limonene in mg/kg.....	42
4.14 Linalool in mg/kg.....	44
5. Dokumentation.....	46
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	46
5.1.1 Primärdaten.....	46
5.1.2 Analytische Methoden.....	60
5.2 Homogenität.....	74
5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	74
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	75
5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	78
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	79
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	80

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine Mischung von handelsüblichen Hautcremes bzw. Bodylotions von Europäischen Anbietern mit Zusatz von etherischen Ölen.

Die Rohstoffe wurden zusammen gegeben und homogenisiert. Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Bestandteile) ist in Tabelle 1 angegeben.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 25 g in 28-mL-Kunststoffgefäße abgefüllt, in metallisierte PET-Folienbeutel eingeschweißt und chronologisch nummeriert.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

LVU-Probe Hautcreme
<p>Hautcreme/Bodylotion 1 <u>Ingredients:</u> Aqua, Glycerin, Cetearyl Alcohol, C15-19 Alkane, Isopropyl Palmitate, Paraffinum Liquidum, Glyceryl Stearate SE, Butyrospermum Parkii Butter, Dimethicone, Glyceryl Stearate, Sodium Cetearyl Sulfate, Sodium hydroxide, Carbomer, Phenoxyethanol, Ethylhexylglycerin, Linalool, Limonene, Butylphenyl Methylpropional, Benzyl Alcohol, Citronellol, Alpha-Isomethyl Ionone, Parfum</p>
<p>Hautcreme/Bodylotion 2 <u>Ingredients:</u> Aqua, Glycerin, Paraffinum Liquidum, Stearic Acid, Sorbitol, Glycol Stearate, Caprylic/Capric Triglyceride, Dimethicone, Octyldodecanol, Carbomer, Cetyl Alcohol, Cyclopentasiloxane, Dimethiconol, Disodium EDTA, Glyceryl Stearate, Helianthus Annuus Hybrid Oil, Isohexadecane, Isomerized Linoleic Acid, Magnesium Aluminum Silicate, Methylparaben, Parfum, Phenoxyethanol, Propylparaben, Polysorbate 80, Sodium Acrylate/Sodium Acryloyldimethyl Taurate Copolymer, Sorbitan Oleate, Stearamide AMP, Tocopheryl Acetate, Triethanolamine, Alpha-Isomethyl Ionone, Benzyl Alcohol, Citronellol, Coumarin, Geraniol, Hexyl Cinnamal, Limonene, Linalool</p>
<p>Hautcreme/Bodylotion 3 <u>Ingredients:</u> Aqua, Hydrogenated Polydecene, Propylene Glycol, Dimethicone, Cyclopentasiloxane, Parfum, Squalane, Aloe Barbadensis Leaf Juice, Benzyl Benzoate, BHT, Butylphenyl Methylpropional, Carbomer, Citral, Citric Acid, Citronello, Coumarin, Dimethiconol, Geraniol, Helianthus Annuus Seed Oil, Limonene, Linalool, Polyglceryl-3 Ricinolate, Polyquaternium-51, Sodium Hyaluronate, Sorbitan Oleate, Tetrasodium EDTA, Tocopherol, Tromethamine, Butylparaben, Chlorphenesin, Ethylparaben, O-Cymen-5-ol, Phenoxyethanol, Potassium Sorbate, Propylparaben, Sodium Benzoate</p>
<p>Hautcreme/Bodylotion 4 <u>Ingredients:</u> Aqua, Glycerin, Caprylic/Capric Triglyceride, Dicaprylyl Ether, Cetearyl Alcohol, Dicaprylyl Carbonate, Glyceryl Stearate, Pentaerythrityl Distearate, Parfum, Butyrospermum Parkii Butter, Dimethicone, Sodium Stearoyl Glutamate, Carbomer, Sodium Polyacrylate, Phenoxyethanol, Benzyl Alcohol, Limonene, Linalool, Citral, Geraniol, Citronellol, Sodium Hydroxide</p>
<p>weitere Zutaten (etherische Öle) <u>Ingredients:</u> Cymbopogon Flexuosus Herb Oil, Amyris Balsamifera Bark Oil, Cananga Odorata Flower Oil, Cinnamomum Cassia Bark Oil</p>

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 Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für alle Analyten $< 8,0\%$ (2,48% – 7,82%) (s. Tabelle 2). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten einer Methodenentwicklung (2D GC-MS Methode), bei der relative Wiederholstandardabweichungen von $< 10\%$ erhalten wurden (Belhassen et. al. 2017) [18-20]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.14).

Tabelle 2: Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK_r
Alpha-Isomethyl Ionone	7,82 %
Benzyl Alcohol	3,29 %
Benzyl Benzoate	2,62 %
Benzyl Salicylate	5,51 %
Butylphenyl Methylpropional	3,89 %
Cinnamal	2,48 %
Citral	4,79 %
Citronellol	4,12 %
Coumarin	5,15 %
Eugenol	3,81 %
Geraniol	6,88 %
Hexylcinnamaldehyd	5,00 %
Limonene	3,34 %
Linalool	2,77 %

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** exemplarisch für Benzyl Benzoate und Butylphenyl Methylpropional graphisch zur Information charakterisiert (s. 5.2.1).

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

Erfahrungsgemäß sind konservierte Hautcremes ungeöffnet über mehrere Jahre stabil. Für die Produkte wurde vom Hersteller eine Haltbarkeit von 12 Monaten nach dem Öffnen angegeben. 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 34. Kalenderwoche 2018 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 19. Oktober 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 Mischung handelsüblicher Hautcremes bzw. Bodylotions mit etherischen Ölen mit möglichen Gehalten der zu bestimmenden Parameter allergene Duftstoffe (zu kennzeichnende Stoffe nach Kosmetik Verordnung EU 1223/2009 Art.19 g + Anhang III).

Hinweis: Bei Vorliegen eines Parameters als Mischung von Isomeren erfolgt die Angabe gemäß Methode EN 16274 Punkt 8.2.

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 14 Teilnehmern haben 12 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Zwei Teilnehmer haben keine 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: $\Delta \text{Median} - \text{rob. Mittelwert} > 0,3 \text{ opt}$) [3].

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

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

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

Die Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnisse zulässig.

Die tatsächlichen Messergebnisse sind anzugeben. Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe $> 25 \text{ mg/kg}$ oder $< 2,5 \text{ mg/kg}$) 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 Vergleichsstandardabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen, zu geringe Anzahl signifikanter Stellen (gültige Ziffern) oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

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

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

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

Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle nachstehenden Parameter die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1): Alpha-Isomethyl Ionone, Benzyl Alcohol, Benzyl Benzoate, Benzyl Salicylate, Butylphenyl Methylpropional, Cinnamal, Citral, Citronellol, Coumarin, Eugenol, Geraniol, Hexylcinnamal, Limonene, Linalool.

Zusätzlich wurde mit Ausnahme des Parameters Benzyl Salicylate für alle Parameter die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Aufgrund der Anzahl von < 7 Ergebnissen erfolgte für die folgenden Parameter keine quantitative Auswertung: Amyl Cinnamal, Amylcinamyl Alcohol, Anise Alcohol, Benzyl Cinnamate, Cinnamyl Alcohol, Evernia Furfuracea Extract, Evernia Puranstri Extract, Farnesol, Hydroxycitronellal, Hydroxyisohexyl 3-Cyclohexene, Isoeugenol, Methyl 2-Octynoate.

Die entsprechenden Teilnehmerergebnisse sind dem Dokumentationsteil zu entnehmen.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Für die Bestimmung der allergenen Duftstoffe in kosmetischen Mitteln liegen nach unserer Kenntnis z.Zt. keine ausreichenden Angaben über relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) aus Ringversuchen vor. Eine genormte Methode (EN 16274 / IRFA) sowie eine umfangreiche Methodenentwicklung (Belhassen et. al. 2017) wurden veröffentlicht [18-20].

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

Tabelle 3 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen einer früheren LVU.

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu der vorangegangenen LVU von 2014 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelw. [mg/kg]	rob. SD (S*) [mg/kg]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt'}	DLA-Bericht
Citral	Aftershave	83,1	45,1	54,3	6,6	DLA 34/2014
Citral	Hautcreme	531	71,8	13,5	1,6	DLA 53/2018
Benzyl Salicylate	Aftershave	425	64,0	15,1	2,3	DLA 34/2014
Benzyl Salicylate	Hautcreme	102	14,4	14,1	1,8*	DLA 53/2018
Coumarin	Aftershave	438	58,3	13,3	2,1	DLA 34/2014
Coumarin	Hautcreme	63,3	16,2	25,6	2,0	DLA 53/2018
Geraniol	Aftershave	37,3	14,5	38,9	4,2	DLA 34/2014
Geraniol	Hautcreme	86,2	20,0	23,1	1,9	DLA 53/2018
Butylphenyl Methylpropional	Aftershave	224	90,0	40,1	5,7	DLA 34/2014
Butylphenyl Methylpropional	Hautcreme	306	83,3	27,2	2,3	DLA 53/2018
Linalool	Aftershave	946	112	12,2	2,1	DLA 34/2014
Linalool	Hautcreme	509	119	23,3	2,2	DLA 53/2018
Limonene	Aftershave	2980	1080	36,2	7,5	DLA 34/2014
Limonene	Hautcreme	250	106	42,5	2,5	DLA 53/2018
Alpha-Isomethyl Ionone	Aftershave	152	44,5	29,2	3,9	DLA 34/2014
Alpha-Isomethyl Ionone	Hautcreme	17,1	5,75	33,6	2,0	DLA 53/2018

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt'}

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 und Rückführbarkeit

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

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

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

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

4. Ergebnisse

Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Parameter annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.3). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer bzw. Werte außerhalb des Zielbereichs zurückzuführen sind.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für die Parameter Amyl Cinnamal, Amylcinamyl Alcohol, Anise Alcohol, Benzyl Cinnamate, Cinnamyl Alcohol, Evernia Furfuracea Extract, Evernia Puranstri Extract, Farnesol, Hydroxycitronellal, Hydroxyisohexyl 3-Cyclohexene, Isoeugenol, Methyl 2-Octynoate lagen < 7 Ergebnisse vor, sodass keine statistische Auswertung vorgenommen werden konnte.

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

Für den Parameter Benzyl Salicylate zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag bei 1,8 (s. Tab. 4).

Für die anderen Parameter Alpha-Isomethyl Ionone, Benzyl Alcohol, Benzyl Benzoate, Butylphenyl Methylpropional, Cinnamal, Citral, Citronellol, Coumarin, Eugenol, Geraniol, Hexylcinnamal, Limonene und Linalool zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine erhöhte Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen teilweise deutlich über 2,0. Die Parameter wurden daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt}' lagen dann im Bereich von 2,0 (1,6-2,5) (s. Tab. 3).

Die robusten Standardabweichungen sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im erwarteten Bereich von üblichen Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (s. 3.6.3) [20].

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Es liegen 64% bis 90% 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
<i>Anzahl der Messergebnisse</i>
<i>Anzahl der Ausreißer</i>
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (X_{pt})
Robuste Standardabweichung (S^*)
<i>Anzahl mit m Wiederholmessungen</i>
Wiederholstandardabweichung (S_r)
Variationskoeffizient (VK_r) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
<i>Zielkenndaten:</i>
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt}'
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$) *
obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$) *
Quotient S^*/σ_{pt} oder S^*/σ_{pt}'
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$ oder $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$
<i>Ergebnisse im Zielbereich</i>
<i>Prozent im Zielbereich</i>

* 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 Alpha-Isomethyl Ionone in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	17,1
Median	17,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	17,1
Robuste Standardabweichung (S^*)	5,75
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,34
Variationskoeffizient (VK_r)	7,82%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	5,14
Variationskoeffizient (VK_R)	30,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	2,81
Untere Grenze des Zielbereichs	11,5
Obere Grenze des Zielbereichs	22,7
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	2,17
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

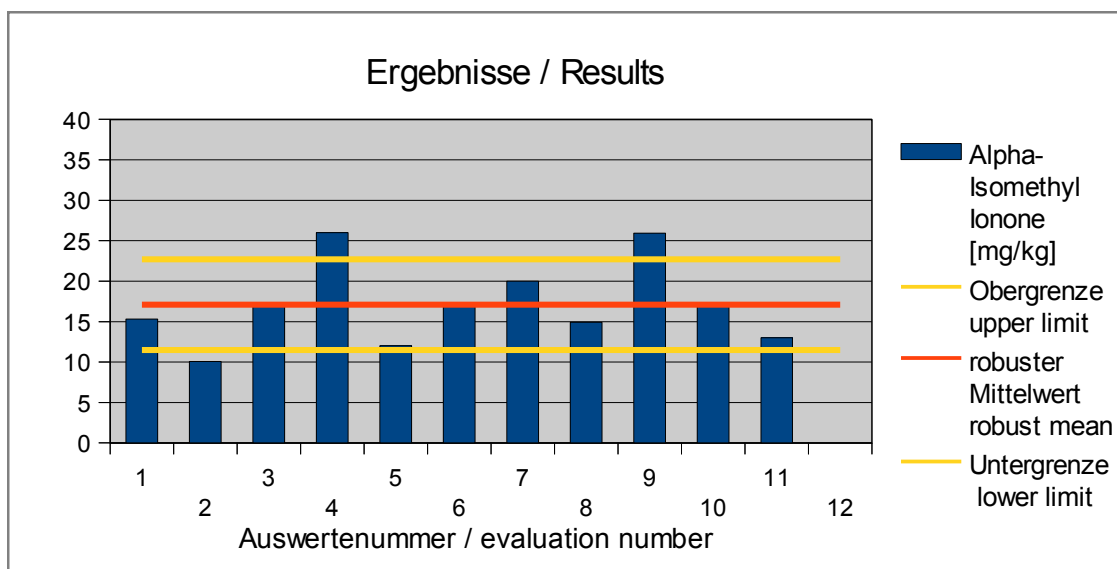


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse / Results Alpha-Isomethyl Ionone

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

Auswertenummer	Alpha-Isomethyl Ionone [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	15,3	-1,79	-0,64	
2	10,1	-7,01	-2,5	
3	17,0	-0,09	-0,03	
4	26,0	8,91	3,2	
5	12,0	-5,09	-1,8	
6	17,0	-0,09	-0,03	
7	20,0	2,91	1,0	
8	14,9	-2,19	-0,78	
9	25,9	8,84	3,1	
10	17,3	0,21	0,07	
11	13,0	-4,09	-1,5	
12	< 1			

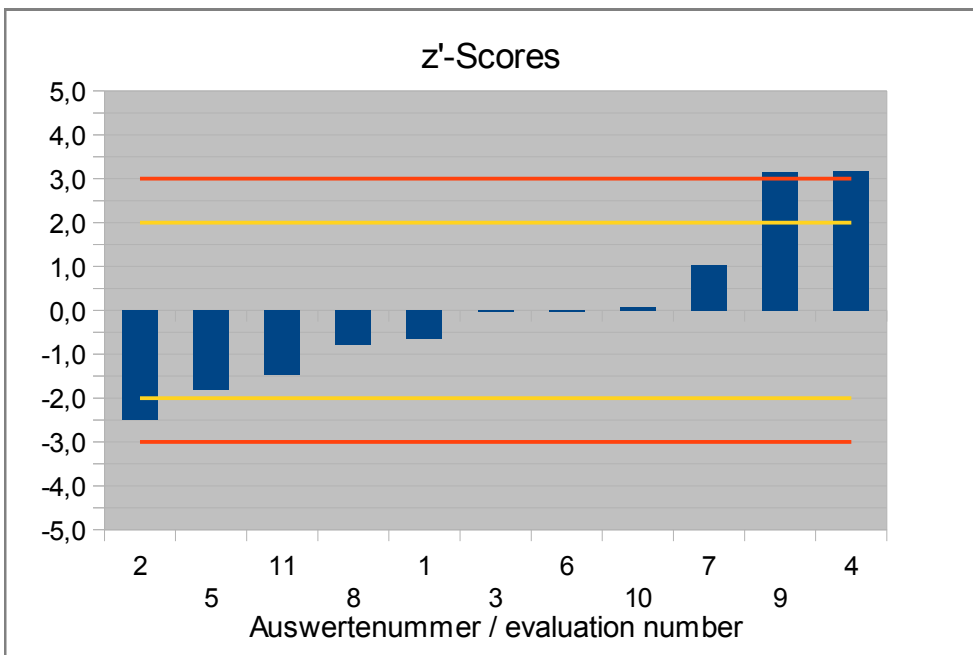


Abb. / Fig. 2: z'-Scores Alpha-Isomethyl Ionone

4.2 Benzyl Alcohol in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	463
Median	499
Robuster Mittelwert (X_{pt})	464
Robuste Standardabweichung (S^*)	71,7
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_x)	15,2
Variationskoeffizient (VK_x)	3,29%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	66,4
Variationskoeffizient (VK_R)	14,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	40,0
Untere Grenze des Zielbereichs	384
Obere Grenze des Zielbereichs	544
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	27,0
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	82%

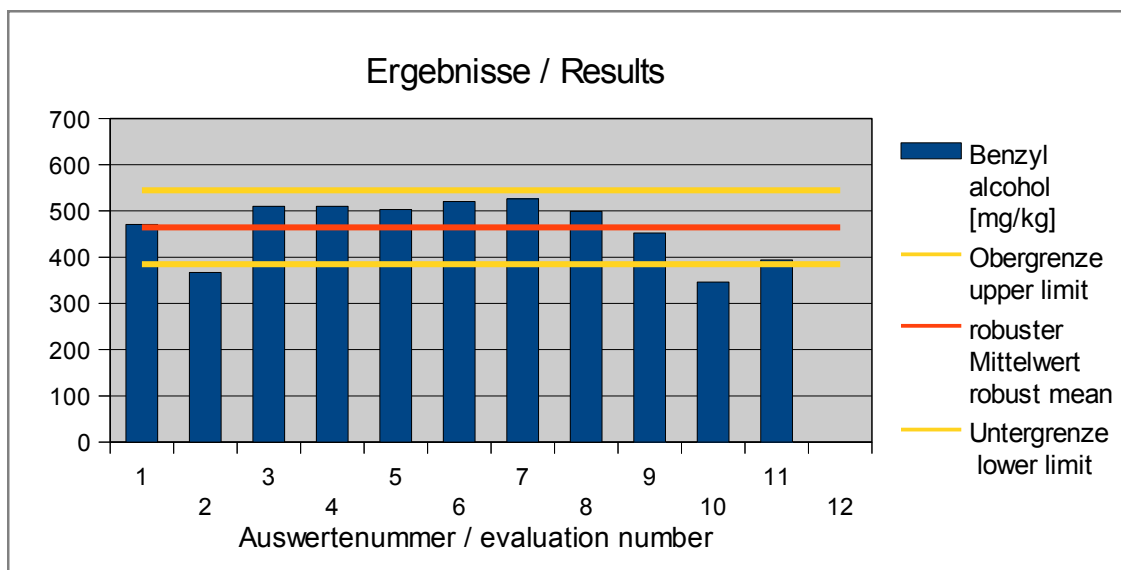


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse / Results Benzyl alcohol

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

Auswertenummer	Benzyl alcohol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	471	6,6	0,16	
2	367	-97,8	-2,4	
3	510	45,6	1,1	
4	510	45,6	1,1	
5	503	38,6	1,0	
6	520	55,6	1,4	
7	526	61,6	1,5	
8	499	34,6	0,86	
9	452	-12,0	-0,3	
10	346	-118	-3,0	
11	394	-70,4	-1,8	
12	< 1			

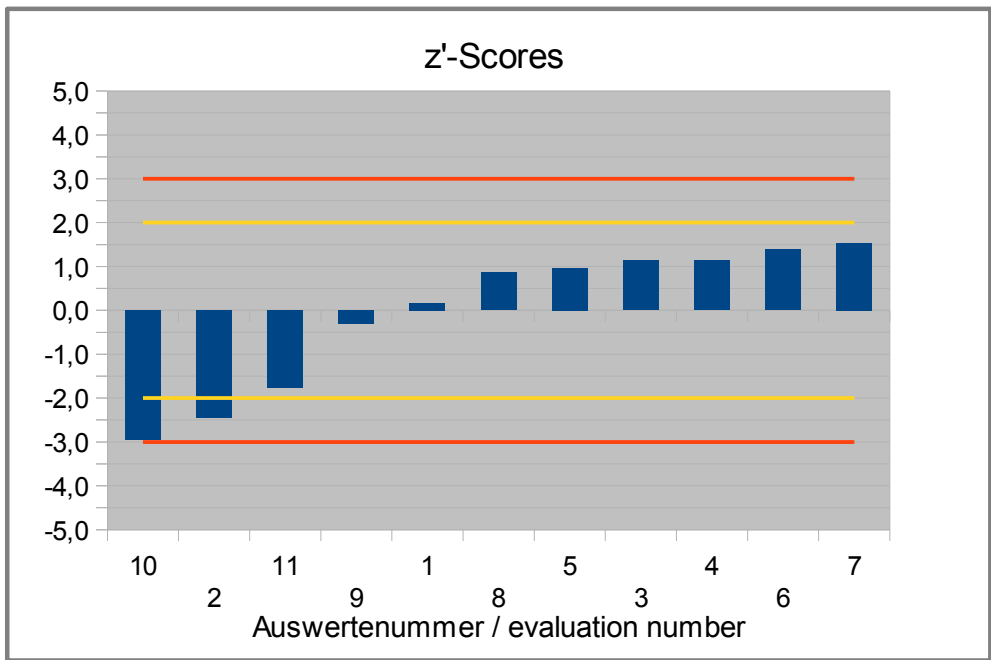


Abb. / Fig. 4: z'-Scores Benzyl alcohol

4.3 Benzyl Benzoate in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	195
Median	194
Robuster Mittelwert (X_{pt})	198
Robuste Standardabweichung (S^*)	52,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	5,13
Variationskoeffizient (VK_r)	2,62%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	51,2
Variationskoeffizient (VK_R)	26,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	23,7
Untere Grenze des Zielbereichs	151
Obere Grenze des Zielbereichs	245
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	18,9
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

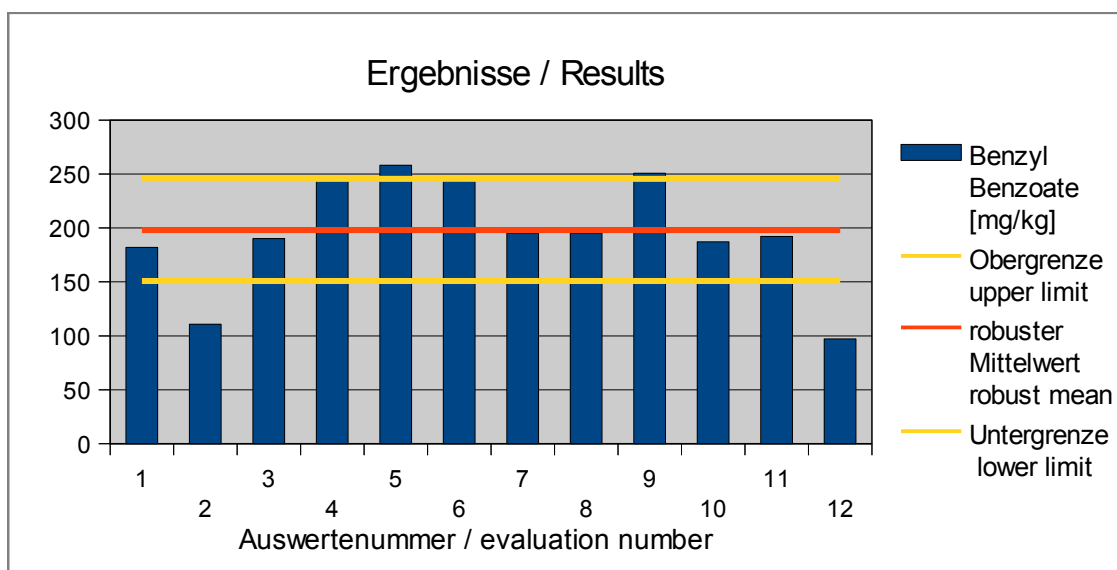


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse / Results Benzyl Benzoate

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

Auswertenummer	Benzyl Benzoate [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	182	-16,1	-0,68	
2	111	-87,3	-3,7	
3	190	-8,1	-0,34	
4	245	46,9	2,0	
5	258	59,9	2,5	
6	243	44,9	1,9	
7	195	-3,1	-0,13	
8	195	-3,1	-0,13	
9	251	52,6	2,2	
10	187	-11,1	-0,47	
11	192	-6,1	-0,26	
12	97,1	-101,0	-4,3	

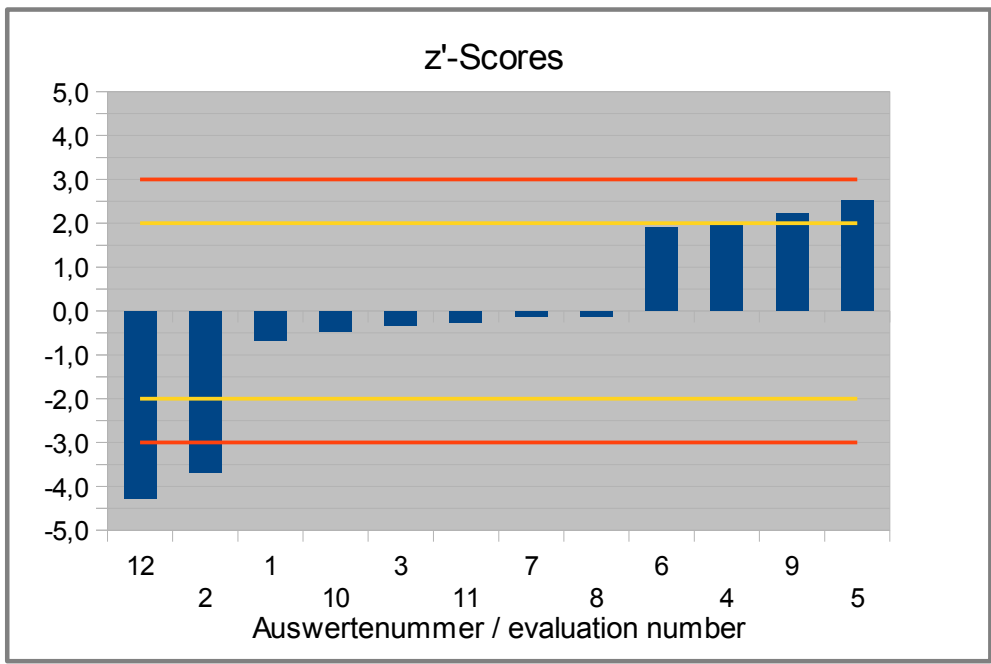


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Benzyl Benzoate

4.4 Benzyl Salicylate in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	104
Median	102
Robuster Mittelwert (X_{pt})	102
Robuste Standardabweichung (S^*)	14,4
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	5,73
Variationskoeffizient (VK_r)	5,51%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	17,3
Variationskoeffizient (VK_R)	16,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	8,15
Untere Grenze des Zielbereichs	86,0
Obere Grenze des Zielbereichs	119
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	5,70
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	90%

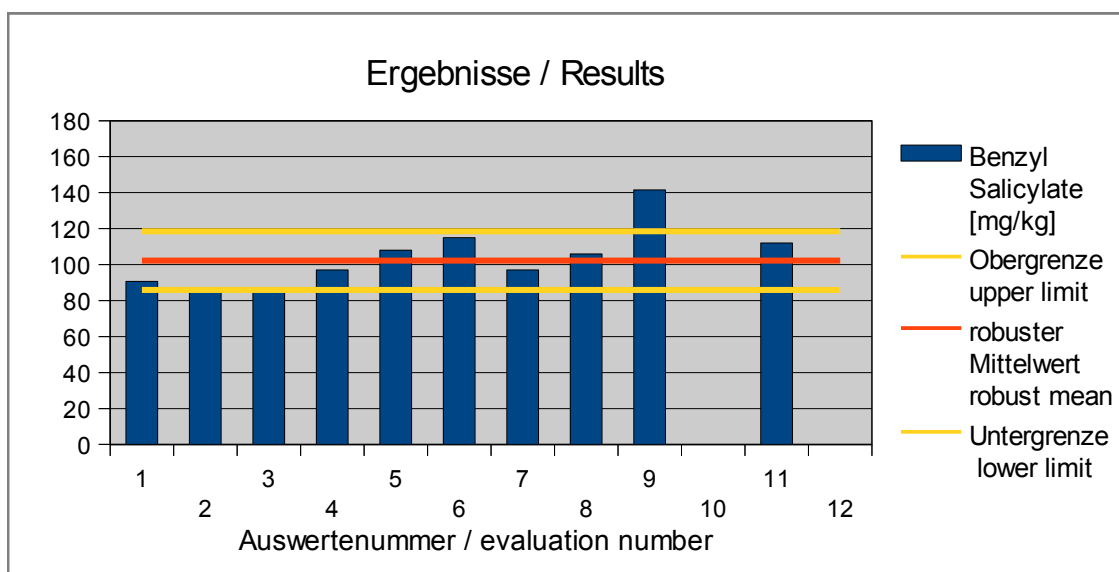


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse / Results Benzyl Salicylate

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

Auswertenummer	Benzyl Salicylate [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	90,7	-11,6	-1,4	
2	87,1	-15,2	-1,9	
3	86,0	-16,3	-2,0	
4	97,0	-5,3	-0,65	
5	108	5,7	0,70	
6	115	12,7	1,6	
7	97,0	-5,3	-0,65	
8	106	3,7	0,46	
9	141	39,2	4,8	
10	< 10			
11	112	9,7	1,2	
12	< 1			

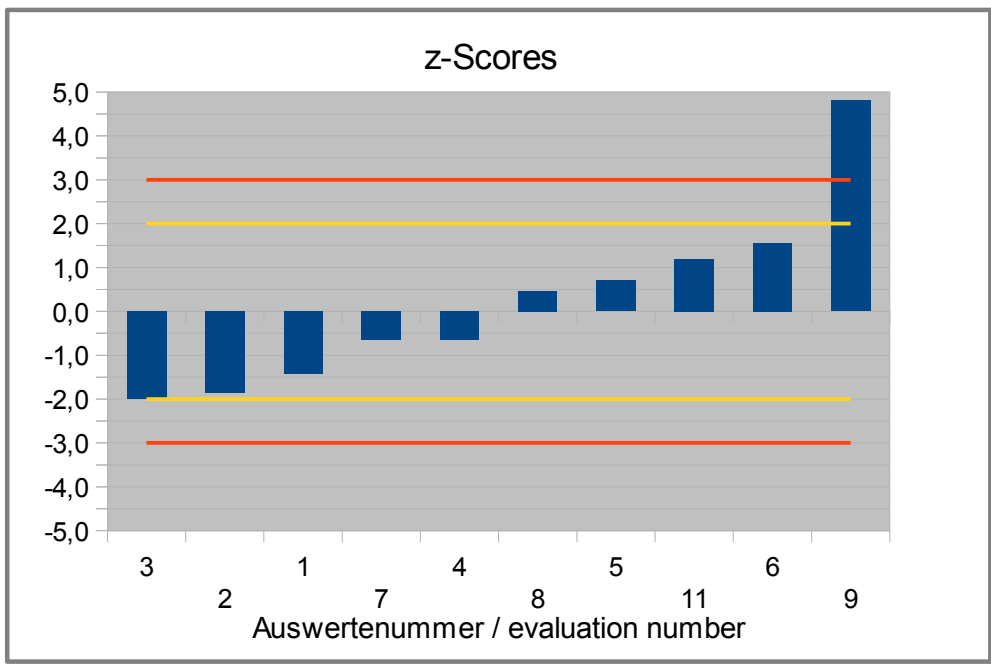


Abb. / Fig. 8: z-Scores Benzyl Salicylate

4.5 Butylphenyl Methylpropional in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	299
Median	312
Robuster Mittelwert (X_{pt})	306
Robuste Standardabweichung (S^*)	83,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	11,6
Variationskoeffizient (VK_r)	3,89%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	88,0
Variationskoeffizient (VK_R)	29,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	36,5
Untere Grenze des Zielbereichs	233
Obere Grenze des Zielbereichs	379
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	30,1
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

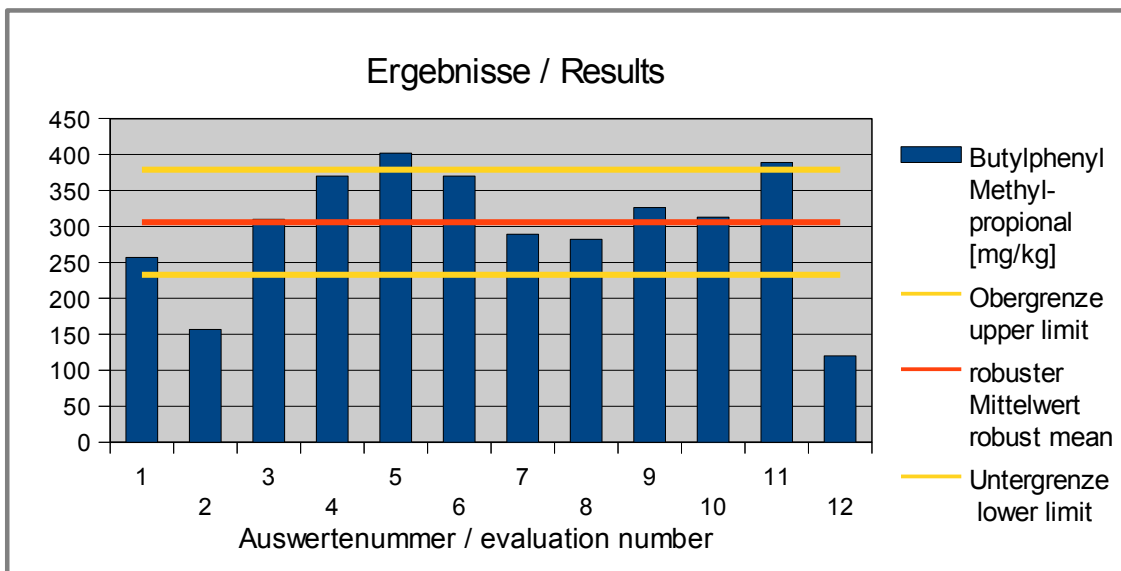


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse / Results Butylphenyl Methylpropional

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

Auswertenummer	Butylphenyl Methylpropional [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	257	-48,8	-1,3	
2	157	-149	-4,1	
3	310	4,2	0,11	
4	370	64,2	1,8	
5	402	96,2	2,6	
6	370	64,2	1,8	
7	289	-16,8	-0,46	
8	282	-23,8	-0,65	
9	326	20,3	0,56	
10	313	7,2	0,20	
11	389	83,2	2,3	
12	120	-186	-5,1	

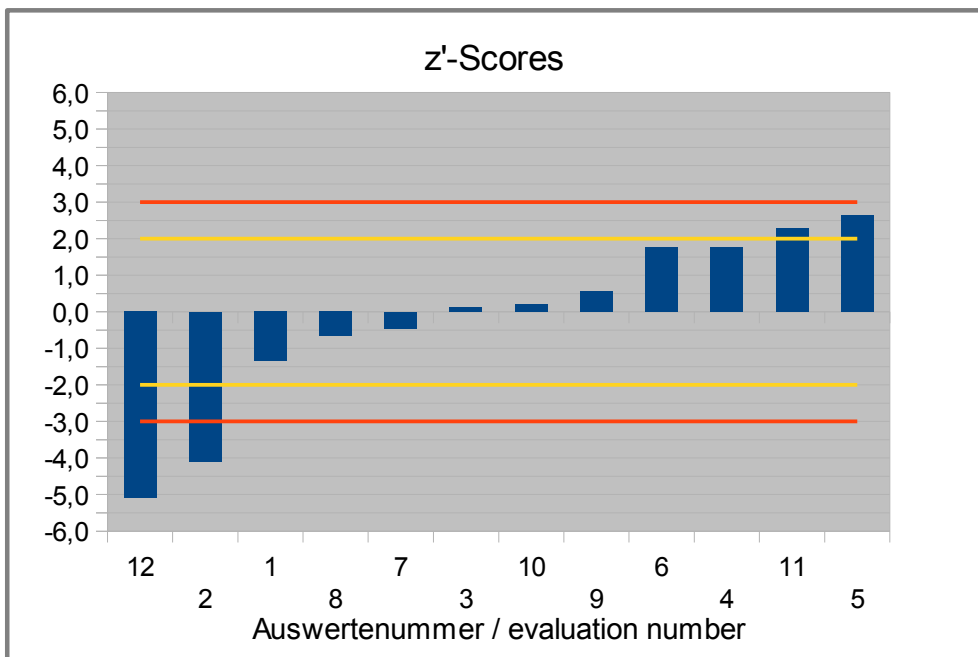


Abb. / Fig. 10: z'-Scores Butylphenyl Methylpropional

4.6 Cinnamal in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	414
Robuster Mittelwert	418
Median (x_{pt})	447
Robuste Standardabweichung (S^*)	120
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	10,3
Variationskoeffizient (VK_r)	2,48%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	114
Variationskoeffizient (VK_R)	27,40%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	51,9
Untere Grenze des Zielbereichs	343
Obere Grenze des Zielbereichs	551
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,3
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	43
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	75%

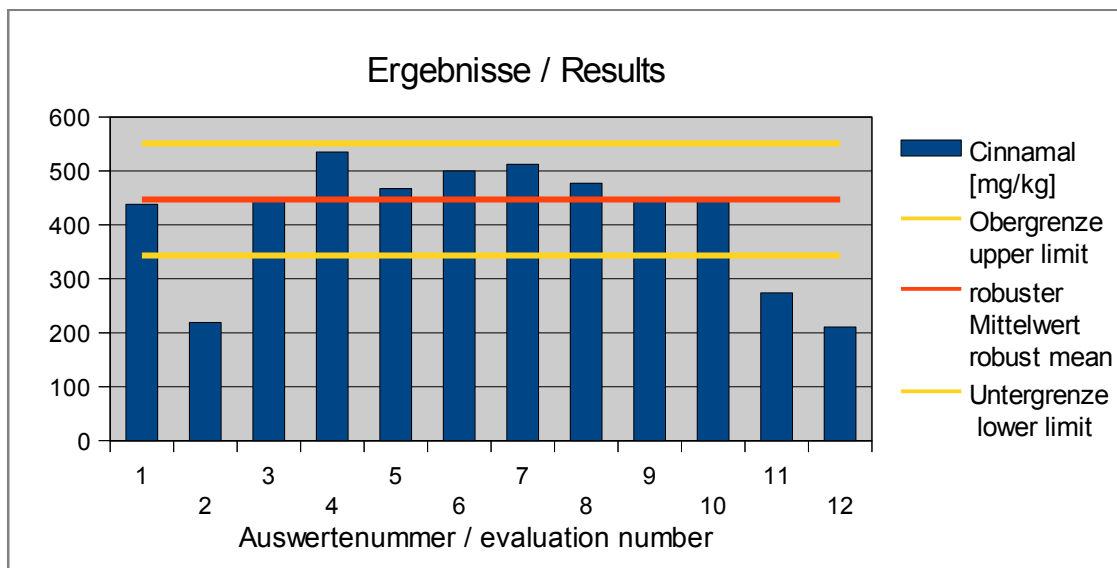


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse / Results Cinnamal

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

Auswertenummer	Cinnamal [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	Remark
1	438	-9,2	-0,18	
2	219	-228	-4,4	
3	450	2,8	0,05	
4	535	87,8	1,7	
5	467	19,8	0,38	
6	500	52,8	1,0	
7	512	64,8	1,2	
8	477	29,8	0,57	
9	444	-2,8	-0,05	
10	444	-3,2	-0,06	
11	274	-173	-3,3	
12	210	-237	-4,6	

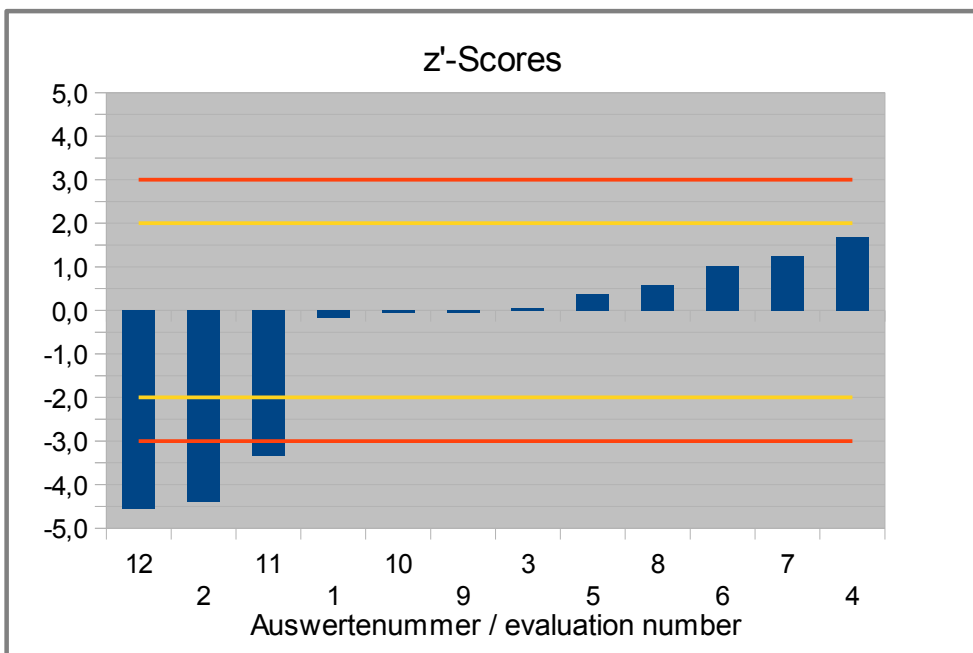


Abb. / Fig. 12: z'-Scores Cinnamal

4.7 Citral in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	10
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	533
Median	537
Robuster Mittelwert (X_{pt})	531
Robuste Standardabweichung (S^*)	71,8
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	26,5
Variationskoeffizient (VK_r)	4,97%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	70,0
Variationskoeffizient (VK_R)	13,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	43,5
Untere Grenze des Zielbereichs	444
Obere Grenze des Zielbereichs	618
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	28,4
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	80%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 2 und 12)

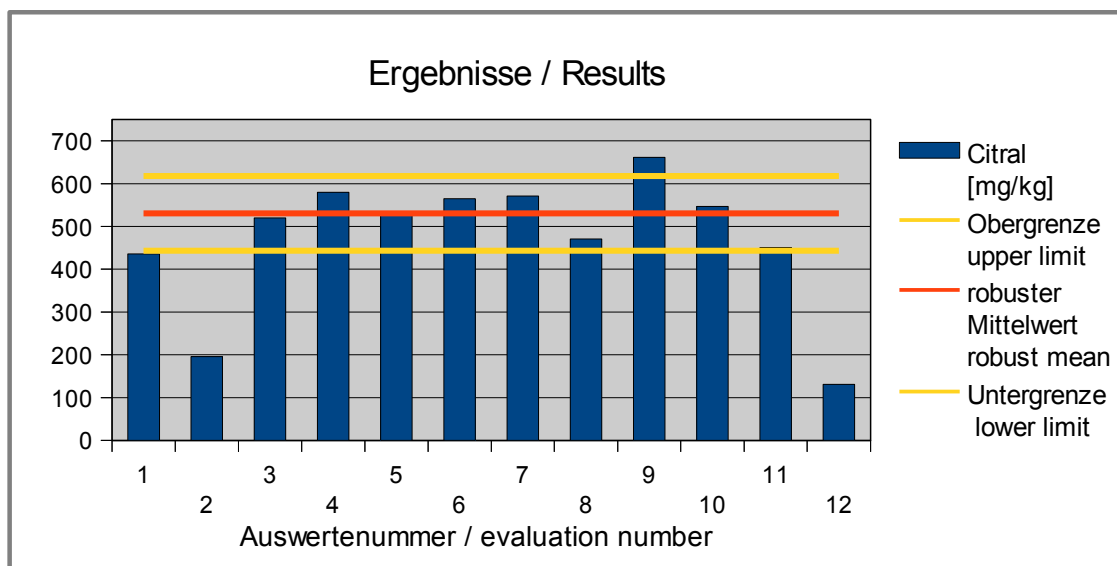


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse / Results Citral

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

Auswertenummer Evaluation number	Citral [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	436	-94,6	-2,2	
2	196			Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
3	520	-10,6	-0,24	
4	580	49,4	1,1	
5	527	-3,6	-0,08	
6	565	34,4	0,79	
7	571	40,4	0,93	
8	471	-59,6	-1,4	
9	662	131,0	3,0	
10	547	16,4	0,38	
11	451	-79,6	-1,8	
12	131			Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded

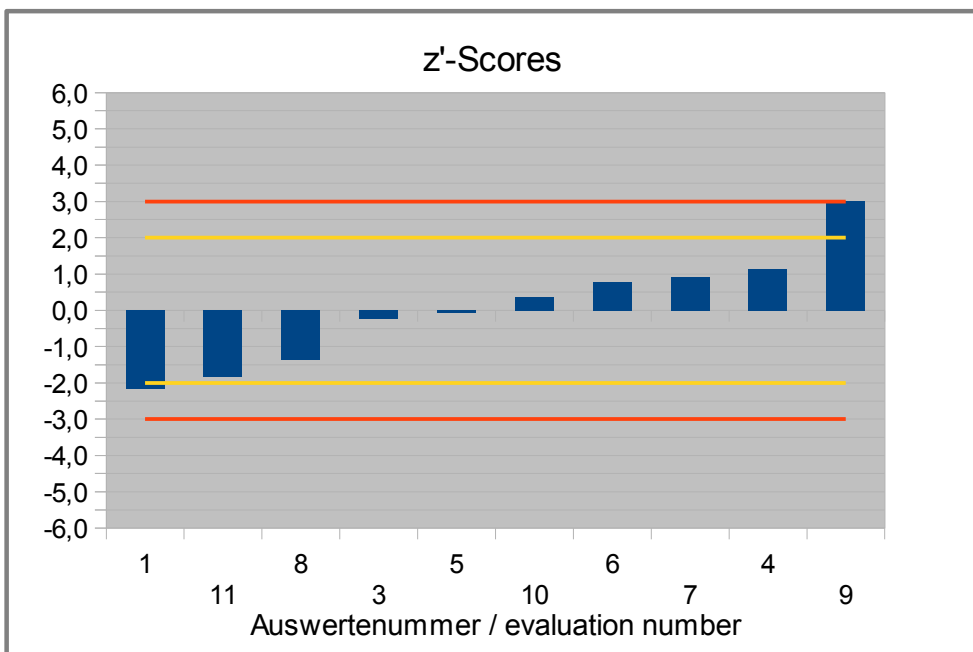


Abb. / Fig. 14: z'-Scores Citral

4.8 Citronellol in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	8
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	177
Median	161
Robuster Mittelwert (X_{pt})	177
Robuste Standardabweichung (S^*)	46,5
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	7,31
Variationskoeffizient (VK_r)	4,12%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	41,4
Variationskoeffizient (VK_R)	23,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	24,3
Untere Grenze des Zielbereichs	129
Obere Grenze des Zielbereichs	226
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	20,6
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	75%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 2 und 9)

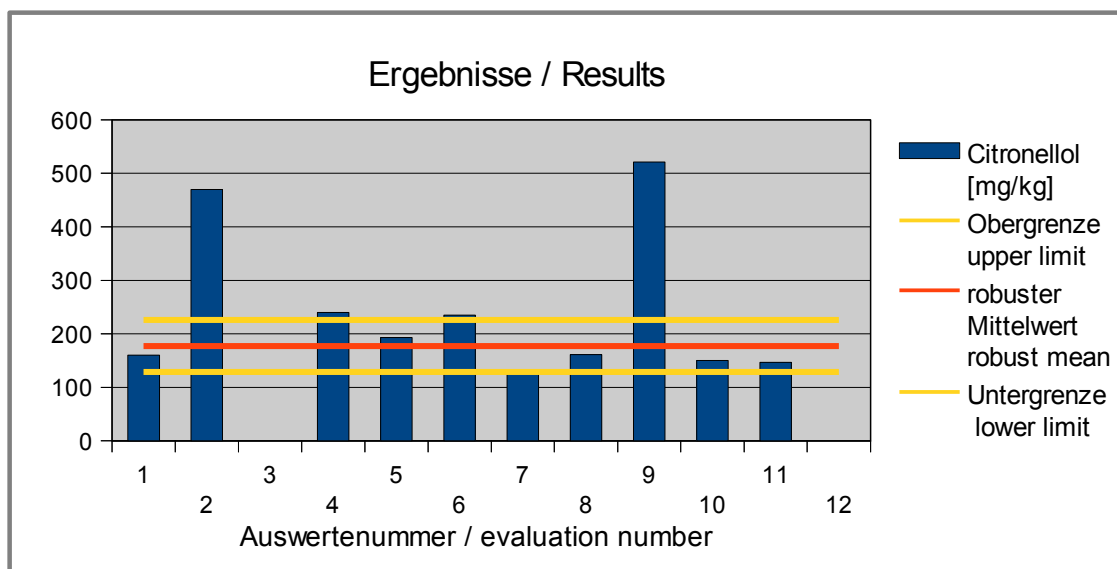


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse / Results Citronellol

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

Auswertenummer	Citronellol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	160	-17,3	-0,71	
2	470			Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
3				
4	240	62,8	2,6	
5	193	15,8	0,65	
6	235	57,8	2,4	
7	132	-45,3	-1,9	
8	161	-16,3	-0,67	
9	521			Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	150	-27,3	-1,1	
11	147	-30,3	-1,2	
12	< 1			

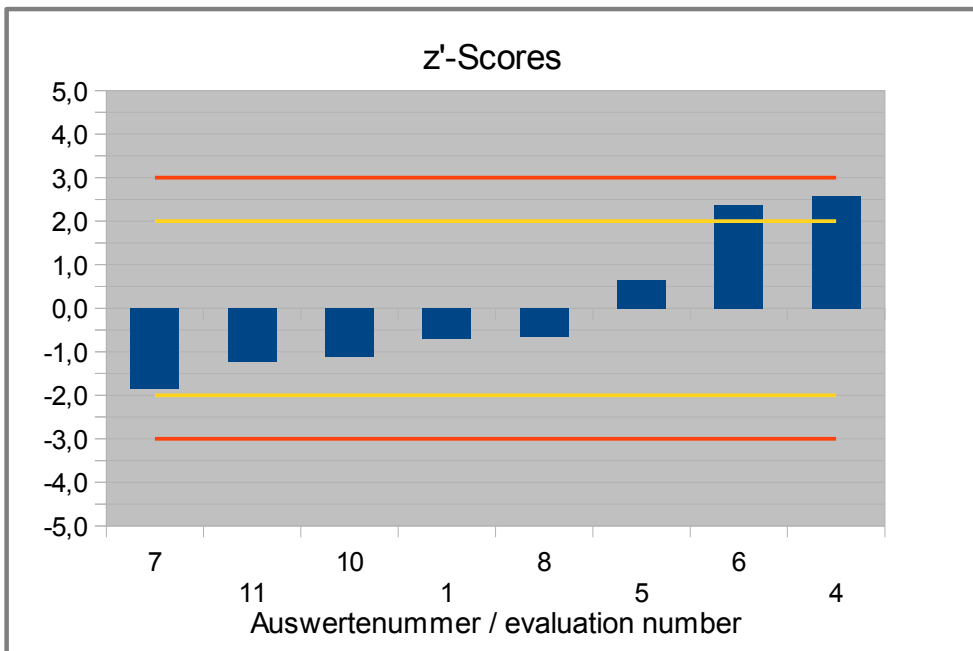


Abb. / Fig. 16: z'-Scores Citronellol

4.9 Coumarin in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	61,7
Median	63,4
Robuster Mittelwert (X_{pt})	63,3
Robuste Standardabweichung (S^*)	16,2
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	3,18
Variationskoeffizient (VK_r)	5,15%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	18,3
Variationskoeffizient (VK_R)	29,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	7,98
Untere Grenze des Zielbereichs	47,3
Obere Grenze des Zielbereichs	79,3
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	5,86
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

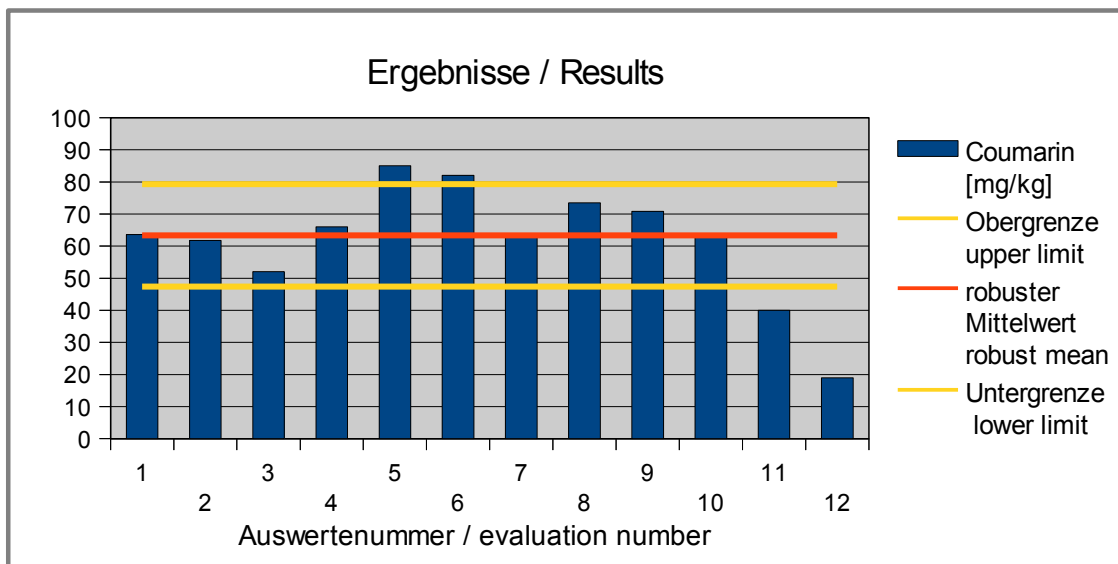


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse / Results Coumarin

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

Auswertenummer	Coumarin [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	63,6	0,3	0,04	
2	61,7	-1,6	-0,20	
3	52,0	-11,3	-1,4	
4	66,0	2,7	0,34	
5	85,0	21,7	2,7	
6	82,0	18,7	2,3	
7	63,0	-0,3	-0,04	
8	73,5	10,2	1,3	
9	70,8	7,5	0,94	
10	63,2	-0,1	-0,01	
11	40,0	-23,3	-2,9	
12	19,0	-44,3	-5,6	

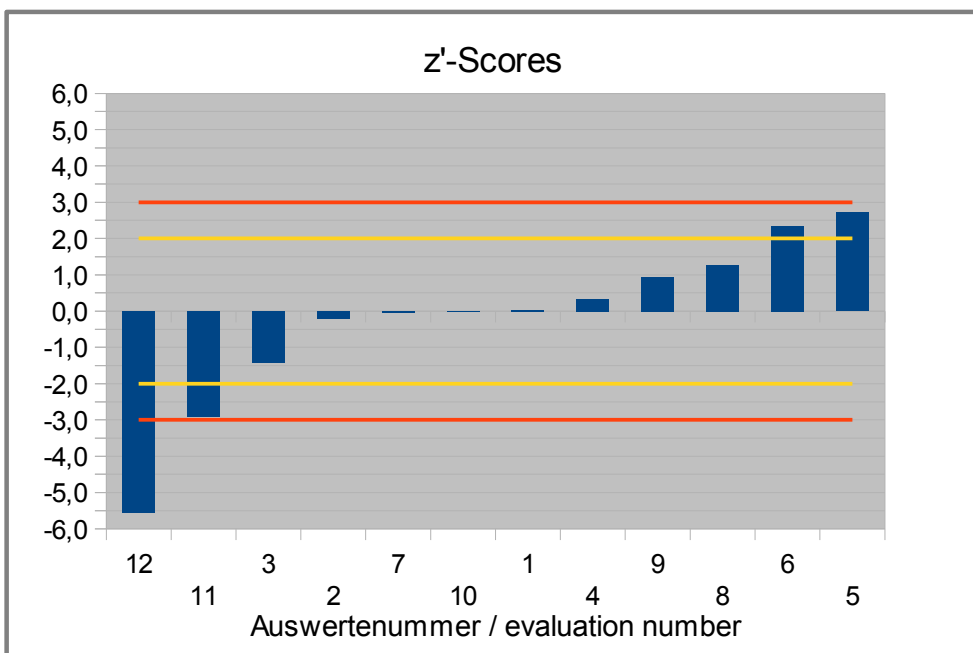


Abb. / Fig. 18: z'-Scores Coumarin

4.10 Eugenol in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	161
Median	160
Robuster Mittelwert (X_{pt})	161
Robuste Standardabweichung (S^*)	34,0
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	6,17
Variationskoeffizient (VK_r)	3,81%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	29,8
Variationskoeffizient (VK_R)	18,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	18,0
Untere Grenze des Zielbereichs	125
Obere Grenze des Zielbereichs	197
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	13,5
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	80%

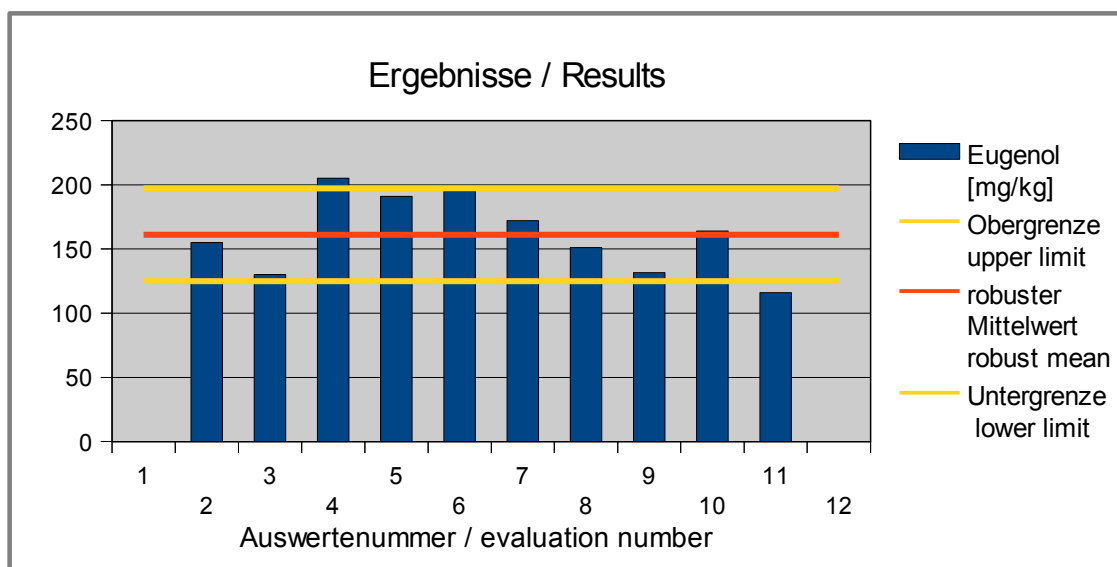


Abb. / Fig. 19: Ergebnisse / Results Eugenol

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

Auswertenummer	Eugenol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	Remark
1	< 5			
2	155	-5,9	-0,33	
3	130	-31,1	-1,7	
4	205	43,9	2,4	
5	191	29,9	1,7	
6	195	33,9	1,9	
7	172	10,9	0,61	
8	151	-10,1	-0,56	
9	131	-29,6	-1,6	
10	164	2,9	0,16	
11	116	-45,1	-2,5	
12	< 1			

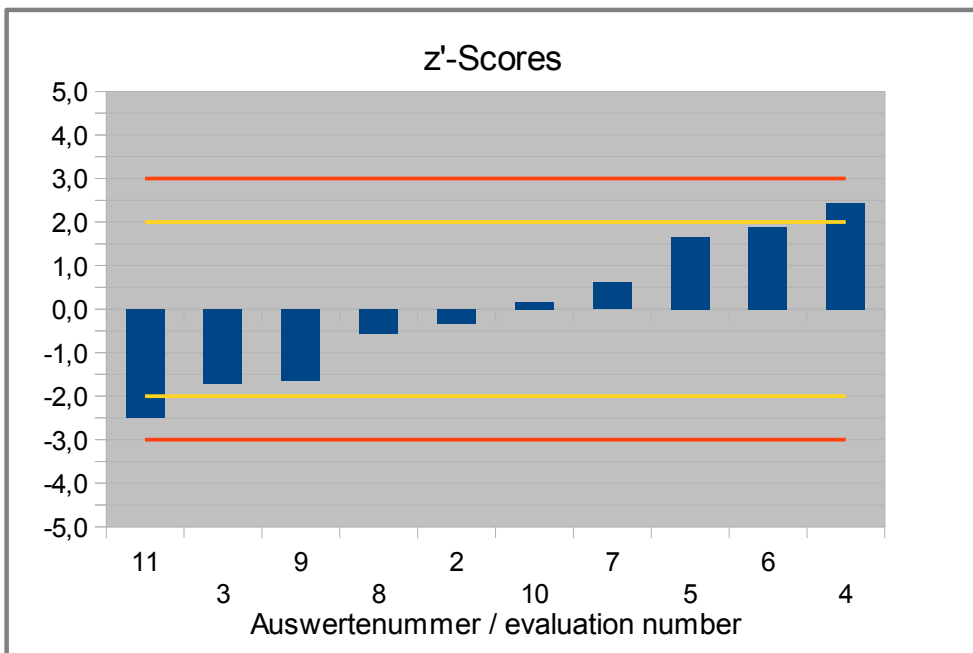


Abb. / Fig. 20: z'-Scores Eugonol

4.11 Geraniol in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	87,1
Median	79,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	86,2
Robuste Standardabweichung (S^*)	20,0
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	6,00
Variationskoeffizient (VK_r)	6,88%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	20,0
Variationskoeffizient (VK_R)	22,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	10,3
Untere Grenze des Zielbereichs	65,6
Obere Grenze des Zielbereichs	107
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	7,52
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

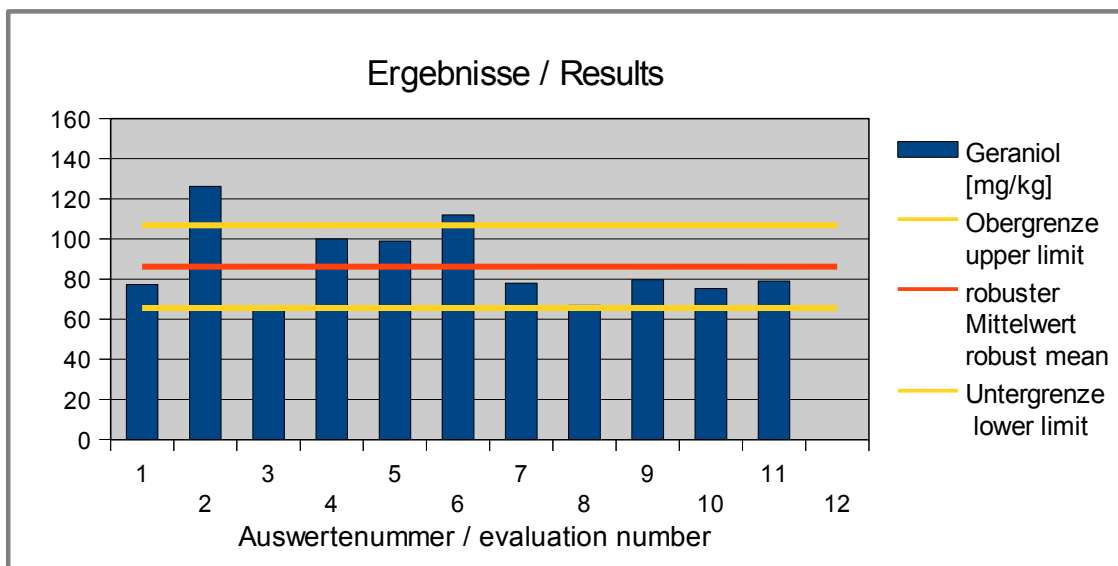


Abb. / Fig. 21: Ergebnisse / Results Geraniol

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

Auswertenummer	Geraniol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	77,3	-8,9	-0,86	
2	126	40,0	3,9	
3	65,0	-21,2	-2,1	
4	100	13,8	1,3	
5	99,0	12,8	1,2	
6	112	25,8	2,5	
7	78,0	-8,2	-0,80	
8	66,9	-19,3	-1,9	
9	79,7	-6,5	-0,63	
10	75,3	-10,9	-1,1	
11	79,0	-7,2	-0,70	
12	< 1			

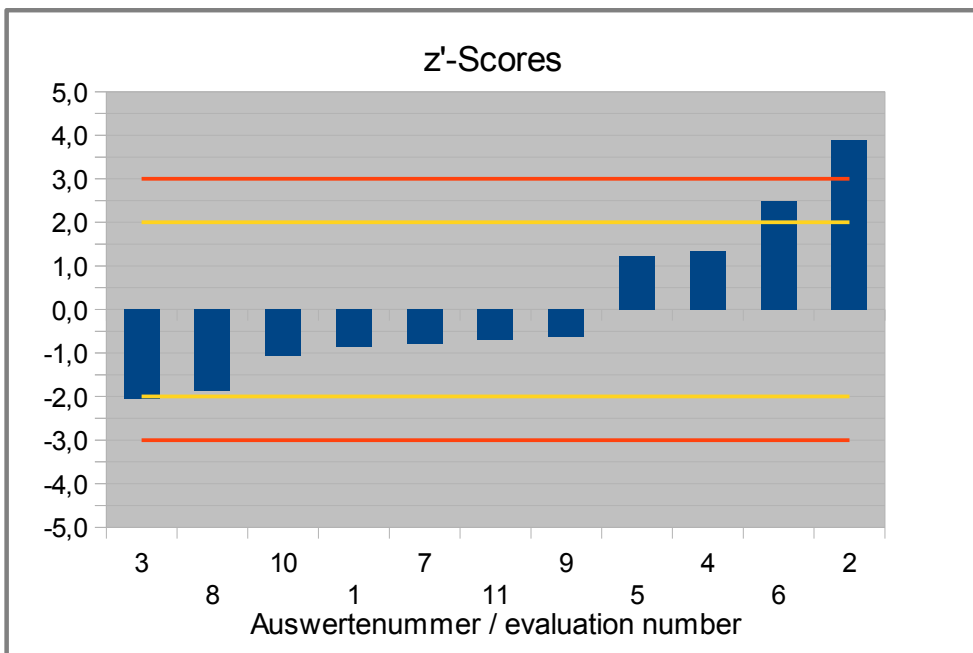


Abb. / Fig. 22: z'-Scores Geraniol

4.12 Hexylcinnamaldehyd in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	97,7
Median	94,5
Robuster Mittelwert (x_{pt})	95,8
Robuste Standardabweichung (S^*)	37,5
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	4,89
Variationskoeffizient (VK_r)	5,00%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	37,0
Variationskoeffizient (VK_R)	37,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	15,6
Untere Grenze des Zielbereichs	64,7
Obere Grenze des Zielbereichs	127
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,4
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	13,5
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

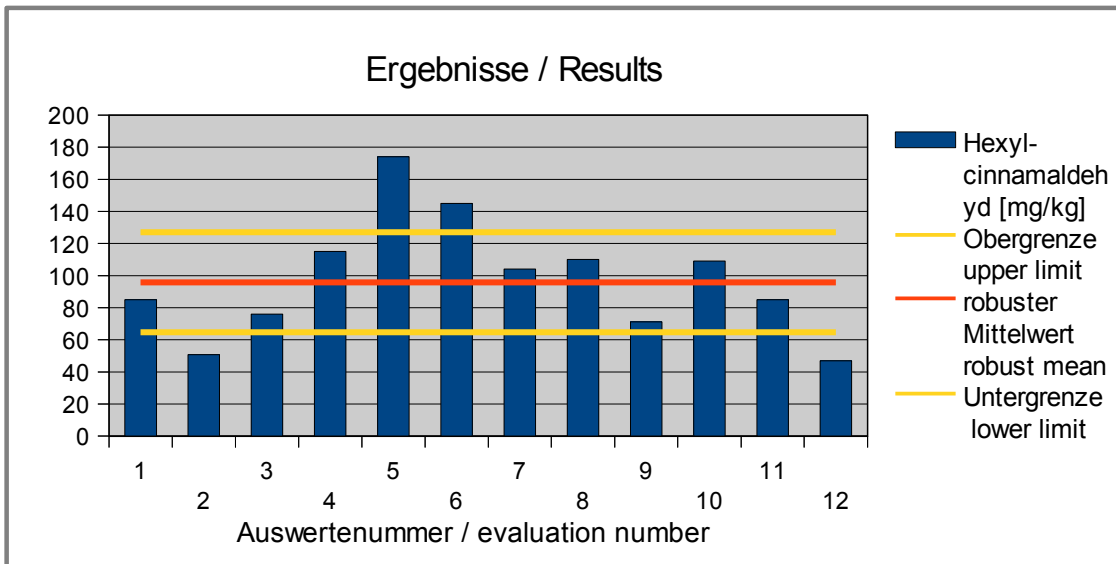


Abb. / Fig. 23: Ergebnisse / Results Hexylcinnamaldehyd

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

Auswertenummer	Hexylcinnamaldehyd [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	85,0	-10,8	-0,70	
2	50,8	-45,1	-2,9	
3	76,0	-19,8	-1,3	
4	115	19,2	1,2	
5	174	78,2	5,0	
6	145	49,2	3,2	
7	104	8,2	0,52	
8	110	14,2	0,91	
9	71,2	-24,6	-1,6	
10	109	13,2	0,84	
11	85,0	-10,8	-0,70	
12	46,9	-48,9	-3,1	

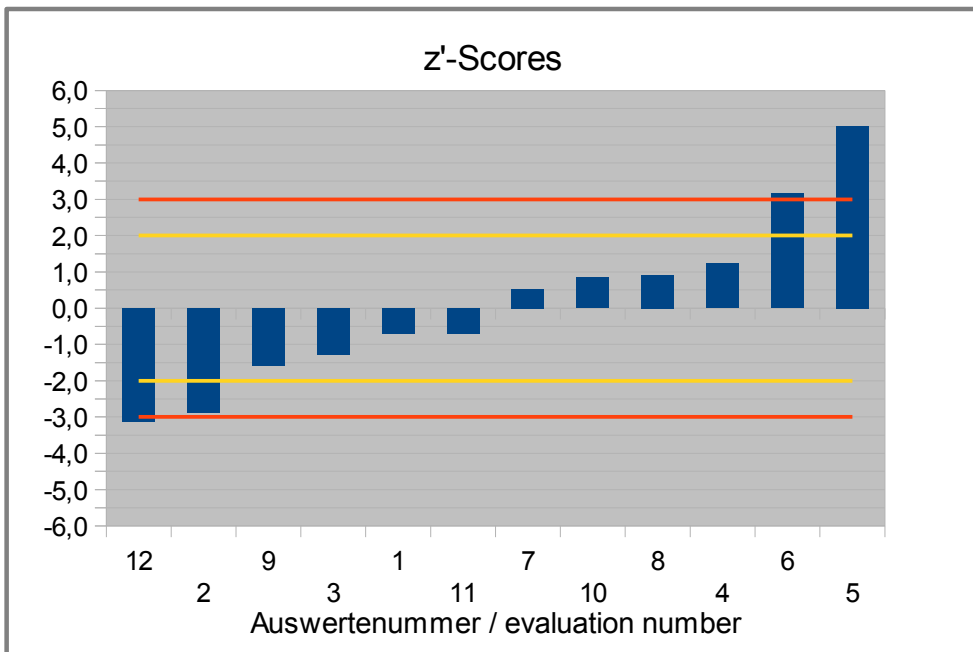


Abb. / Fig. 24: z'-Scores Hexylcinnamaldehyd

4.13 Limonene in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	254
Median	255
Robuster Mittelwert (X_{pt})	250
Robuste Standardabweichung (S^*)	106
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	8,48
Variationskoeffizient (VK_r)	3,34%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	102
Variationskoeffizient (VK_R)	40,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	42,2
Untere Grenze des Zielbereichs	166
Obere Grenze des Zielbereichs	335
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	38,4
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

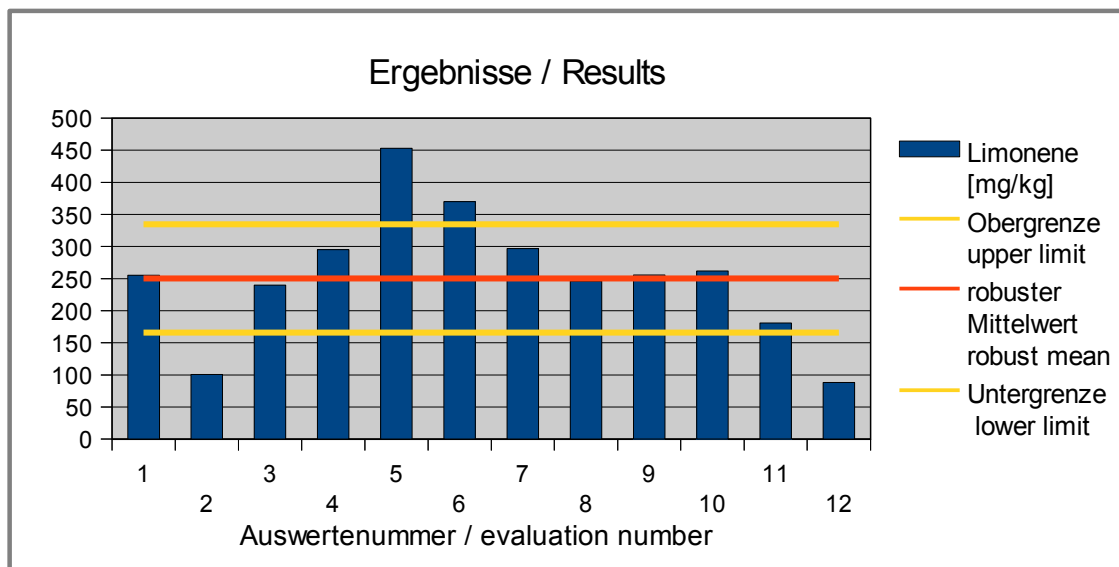


Abb. / Fig. 25: Ergebnisse / Results Limonene

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

Auswertenummer	Limonene [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	255	4,7	0,11	
2	101	-149	-3,5	
3	240	-10	-0,24	
4	295	45	1,1	
5	453	203	4,8	
6	370	120	2,8	
7	297	47	1,1	
8	246	-4,3	-0,10	
9	256	5,6	0,13	
10	262	12	0,28	
11	181	-69	-1,6	
12	88,3	-162	-3,8	

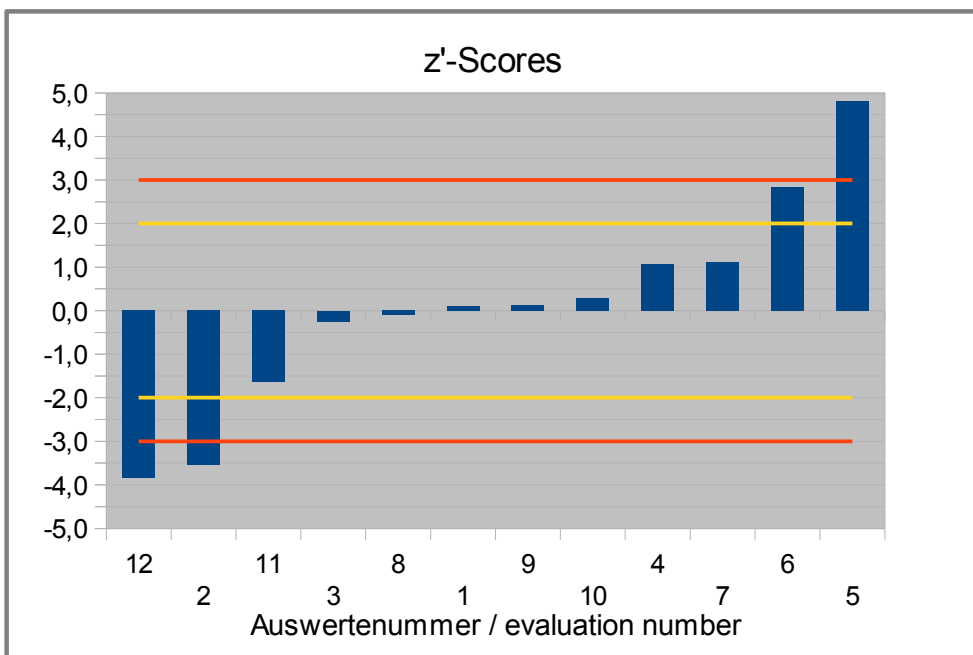


Abb. / Fig. 26: z'-Scores Limonene

4.14 Linalool in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	505
Median	504
Robuster Mittelwert (X_{pt})	509
Robuste Standardabweichung (S^*)	119
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	14,0
Variationskoeffizient (VK_r)	2,77%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	114
Variationskoeffizient (VK_R)	22,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	55,0
Untere Grenze des Zielbereichs	399
Obere Grenze des Zielbereichs	619
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	44,8
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	64%

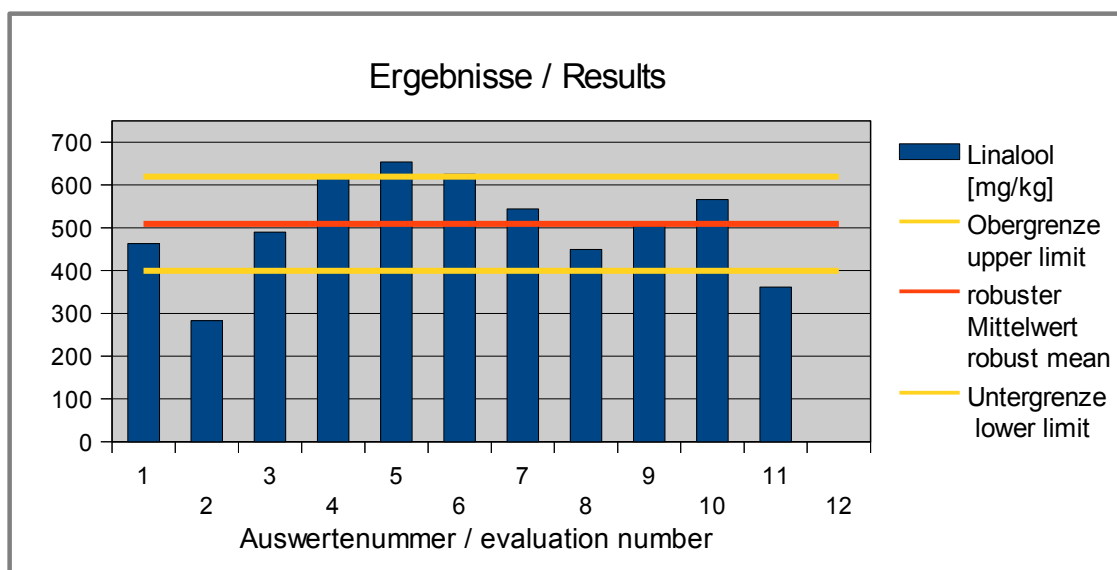


Abb. / Fig. 27: Ergebnisse / Results Linalool

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

Auswertenummer	Linalool [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1	463	-46	-0,84	
2	283	-227	-4,1	
3	490	-19	-0,35	
4	615	106	1,9	
5	654	145	2,6	
6	625	116	2,1	
7	544	35	0,63	
8	449	-60	-1,1	
9	504	-5,4	-0,1	
10	566	57	1,0	
11	361	-148	-2,7	
12	< 1			

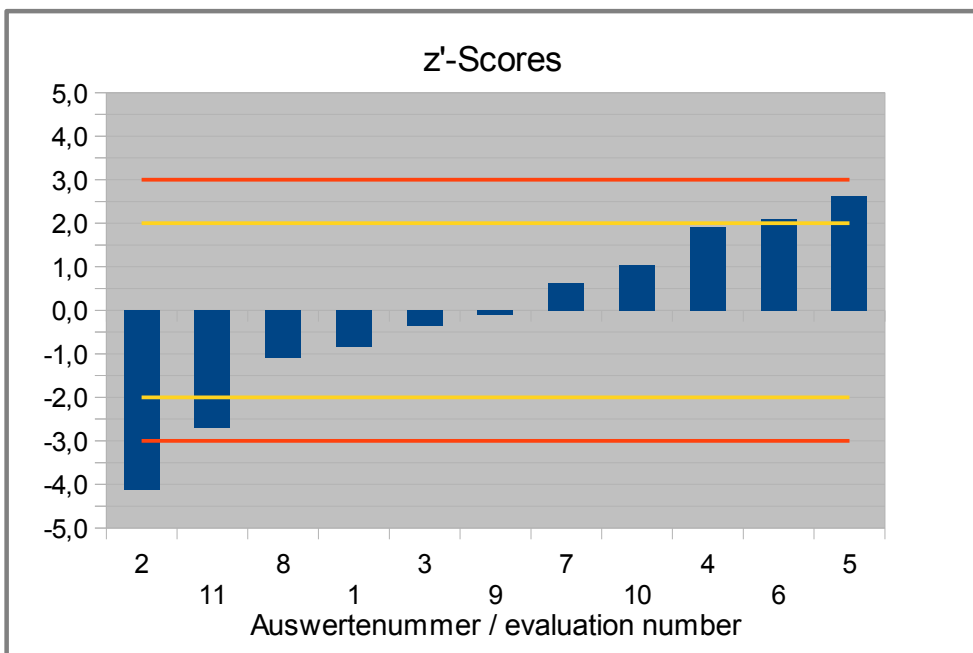


Abb. / Fig. 28: z'-Scores Linalool

5. Dokumentation

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

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten

Parameter	Parti- cipant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of ana- lysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantifi- cation	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Alpha-Isomethyl Ionone	1	90	mg/kg	8	64	17/10	15,3	17,6	13,1	5	ja	
	2	90	mg/kg	13	59	08.-16.18	10,08	9,27	10,89		nein	
	3	90	mg/kg	34	38	17.10.18	17	16	17	5	nein	
	4	90	mg/kg	31	41	16.10.18	26	26	25	5	ja	Standardlösungen zur externen Kalibrierung werden wie Proben aufgearbeitet, Wiederfindung in Kalibration enthalten
	5	90	mg/kg	12	60	27.08.	12	11,4	12,3	10	nein	
	6	90	mg/kg	7	65	18.09.18	17	16	18	30	nein	88
	7	90	mg/kg	24	48	07.09.18	20	20	20	5 mg/kg	nein	102
	8	90	mg/kg	66	6	10.10.18	14,9	14,8	14,9	4	nein	
	9	90	mg/kg	4	68	12.09.18	25,93	27,38	24,48	5	nein	
	10	90	mg/kg	1	71	22.08.18	17,3	17,5	17,1	10	nein	k.A.
	11	90	mg/kg	18	54	16.10.18	13	13	14	10	nein	100
	12	90	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Amyl Cinnamal	1	67	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	67	mg/kg	13	59	08.-16.18	4,81	4,15	5,47		nein	
	3	67	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	67	mg/kg	31	41	16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	67	mg/kg	12	60	27.08.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	67	mg/kg	7	65		n.n.	n.n.	n.n.	23	nein	110
	7	67	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	103
	8	67	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	6	nein	
	9	67	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	67	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	67	mg/kg	18	54	16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	67	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Amylcinnamyl Alcohol	1	74	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	74	mg/kg	13	59	08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	74	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	74	mg/kg	31	41	16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	74	mg/kg	12	60	27.08.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	74	mg/kg	7	65		n.n.	n.n.	n.n.	23	nein	80
	7	74	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	103
	8	74	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	6	nein	
	9	74	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	74	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	74	mg/kg	18	54	16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	74	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Anise Alcohol	1	80	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	80	mg/kg	13	59	08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	80	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	80	mg/kg	31	41	16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	80	mg/kg	12	60	27.08.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	80	mg/kg	7	65		n.n.	n.n.	n.n.	22	nein	85
	7	80	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	101
	8	80	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	11	nein	
	9	80	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	80	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	80	mg/kg	18	54	16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	80	mg/kg	28	44							

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Benzyl alcohol	1	45	mg/kg	8	64	17/10	471	460	481	5	ja	
	2	45	mg/kg	13	59	08.-16.18	366,64	359,18	374,09		nein	
	3	45	mg/kg	34	38	17.10.18	510	510	520	5	nein	
	4	45	mg/kg	31	41	16.10.18	510	530	490	5	ja	
	5	45	mg/kg	12	60	10.10.	503	514	493	10	nein	
	6	45	mg/kg	7	65		520	510	530	12	nein	130
	7	45	mg/kg	24	48	07.09.18	526	545	507	5 mg/kg	nein	100
	8	45	mg/kg	66	6	10.10.18	499	494	504	6	nein	
	9	45	mg/kg	4	68	12.09.18	452,4	444,87	459,93	5	nein	
	10	45	mg/kg	1	71	22.08.18	346	349	343	10	nein	k.A.
	11	45	mg/kg	18	54	16.10.18	394	389	399	10	nein	100
	12	45	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Benzyl Benzoate	1	85	mg/kg	8	64	17/10	182	178	187	5	ja	
	2	85	mg/kg	13	59	08.-16.18	110,82	105,15	116,5		nein	
	3	85	mg/kg	34	38	17.10.18	190	190	190	5	nein	
	4	85	mg/kg	31	41	16.10.18	245	240	250	5	ja	
	5	85	mg/kg	12	60	10.10.	258	254	262	10	nein	
	6	85	mg/kg	7	65		243	240	245	35	nein	101
	7	85	mg/kg	24	48	07.09.18	195	196	195	5 mg/kg	nein	99
	8	85	mg/kg	66	6	10.10.18	195	191	199	5	nein	
	9	85	mg/kg	4	68	12.09.18	250,66	255,54	245,78	5	nein	
	10	85	mg/kg	1	71	22.08.18	187	188	187	10	nein	k.A.
	11	85	mg/kg	18	54	16.10.18	192	189	196	10	nein	100
	12	85	mg/kg	28	44	24.10.18	97,12	94,73	99,52	1	ja	78

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Benzyl Cinnamate	1	81	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	81	mg/kg	13	59	08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	81	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	81	mg/kg	31	41	16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	81	mg/kg	12	60	10.10.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	81	mg/kg	7	65		n.n.	n.n.	n.n.	42	nein	85
	7	81	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	107
	8	81	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	7	nein	
	9	81	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	81	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	81	mg/kg	18	54	16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	81	mg/kg	28	44	24.10.18	<1			1		

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Benzyl Salicylate	1	75	mg/kg	8	64	17/10	90,7	91,2	90,2	5	ja	
	2	75	mg/kg	13	59	08.-16.18	87,07	85,38	88,77		nein	
	3	75	mg/kg	34	38	17.10.18	86	84	87	5	nein	
	4	75	mg/kg	31	41	16.10.18	97	94	100	5	ja	
	5	75	mg/kg	12	60	27.08.	108	112	105	10	nein	
	6	75	mg/kg	7	65		115	120	110	62	nein	110
	7	75	mg/kg	24	48	07.09.18	97	97	96	5 mg/kg	ja	200
	8	75	mg/kg	66	6	10.10.18	106	104	108	8	nein	
	9	75	mg/kg	4	68	12.09.18	141,47	150,85	132,09	5	nein	
	10	75	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	75	mg/kg	18	54	16.10.18	112	117	108	10	nein	100
	12	75	mg/kg	28	44	24.10.18	<1			1		

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Butylphenyl Methylpropional	1	83	mg/kg	8	64	17/10	257	250	263	5	ja	
	2	83	mg/kg	13	59	08.-16.18	156,68	153,13	160,22		nein	
	3	83	mg/kg	34	38	17.10.18	310	310	320	5	nein	
	4	83	mg/kg	31	41	16.10.18	370	360	380	5	ja	
	5	83	mg/kg	12	60	10.10.	402	400	404	10	nein	
	6	83	mg/kg	7	65		370	360	380	42	nein	88
	7	83	mg/kg	24	48	07.09.18	289	285	294	5 mg/kg	nein	100
	8	83	mg/kg	66	6	10.10.18	282	277	287	6	nein	
	9	83	mg/kg	4	68	12.09.18	326,12	347,2	305,04	5	nein	
	10	83	mg/kg	1	71	22.08.18	313	317	310	10	nein	k.A.
	11	83	mg/kg	18	54	16.10.18	389	392	385	10	nein	100
	12	83	mg/kg	28	44	24.10.18	119,85	116	123,7	1	ja	92

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Cinnamal	1	76	mg/kg	8	64	17/10	438	429	447	5	ja	
	2	76	mg/kg	13	59	08.-16.18	219,29	219,9	218,68		nein	
	3	76	mg/kg	34	38	17.10.18	450	440	460	5	nein	
	4	76	mg/kg	31	41	16.10.18	535	530	540	5	ja	
	5	76	mg/kg	12	60	10.10.	467	478	457	10	nein	
	6	76	mg/kg	7	65		500	510	490	22	nein	105
	7	76	mg/kg	24	48	07.09.18	512	520	505	5 mg/kg	nein	101
	8	76	mg/kg	66	6	10.10.18	477	469	485	7	nein	
	9	76	mg/kg	4	68	12.09.18	444,37	451,08	437,67	5	nein	
	10	76	mg/kg	1	71	22.08.18	444	449	439	10	nein	k.A.
	11	76	mg/kg	18	54	16.10.18	274	275	273	10	nein	100
	12	76	mg/kg	28	44	24.10.18	210,45	205,6	215,3	1	ja	84

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Cinnamyl alcohol	1	69	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	69	mg/kg	13	59	08.-16.18	11,97	12,14	11,79		nein	
	3	69	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	69	mg/kg	31	41	16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	69	mg/kg	12	60	10.10.	nicht auswertbar	nicht auswertbar	nicht auswertbar	10	nein	
	6	69	mg/kg	7	65		n.n.	n.n.	n.n.	70	nein	105
	7	69	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	99
	8	69	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	12	nein	
	9	69	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	69	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	69	mg/kg	18	54	16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	69	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Parti- cipant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of ana- lysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantifi- cation	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Citral	1	70	mg/kg	8	64	17/10	436	427	446	5	ja	
	2	70	mg/kg	13	59	08.-16.18	195,77	194,35	197,19		nein	
	3	70	mg/kg	34	38	17.10.18	520	510	530	5	nein	
	4	70	mg/kg	31	41	16.10.18	580	570	590	5	ja	
	5	70	mg/kg	12	60	10.10.	527	578	477	10	nein	
	6	70	mg/kg	7	65		565	570	560	14	nein	121
	7	70	mg/kg	24	48	07.09.18	571	567	576	5 mg/kg	nein	101
	8	70	mg/kg	66	6	10.10.18	471	457	494	6	nein	
	9	70	mg/kg	4	68	12.09.18	661,64	659,3	663,98	5	nein	
	10	70	mg/kg	1	71	22.08.18	547	552	542	10	nein	k.A.
	11	70	mg/kg	18	54	16.10.18	451	467	435	10	nein	100
	12	70	mg/kg	28	44	24.10.18	131,19	133,65	128,74	1	ja	79

Parameter	Parti- cipant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of ana- lysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantifi- cation	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Citronellol	1	86	mg/kg	8	64	17/10	160	153	167	5	ja	
	2	86	mg/kg	13	59	08.-16.18	470,48	465,55	475,4		nein	
	3	86	mg/kg	34	38	17.10.18	keine Angabe	keine Angabe	keine Angabe	5	nein	
	4	86	mg/kg	31	41	16.10.18	240	230	250	5	ja	
	5	86	mg/kg	12	60	10.10.	193	189	198	10	nein	
	6	86	mg/kg	7	65		235	230	240	24	nein	108
	7	86	mg/kg	24	48	07.09.18	132	136	128	5 mg/kg	nein	105
	8	86	mg/kg	66	6	10.10.18	161	159	162	6	nein	
	9	86	mg/kg	4	68	12.09.18	521,18	528,3	514,07	5	nein	
	10	86	mg/kg	1	71	22.08.18	150	150	151	10	nein	k.A.
	11	86	mg/kg	18	54	16.10.18	147	146	148	10	nein	100
	12	86	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Coumarin	1	77	mg/kg	8	64	17/10	63,6	63,3	64	5	ja	
	2	77	mg/kg	13	59	08.-16.18	61,73	61,15	62,3		nein	
	3	77	mg/kg	34	38	17.10.18	52	51	53	5	nein	
	4	77	mg/kg	31	41	16.10.18	66	67	65	5	ja	
	5	77	mg/kg	12	60	27.08.	85	88	83	10	nein	
	6	77	mg/kg	7	65		82	80	84	24	nein	112
	7	77	mg/kg	24	48	07.09.18	63	64	63	5 mg/kg	nein	97
	8	77	mg/kg	66	6	10.10.18	73,5	73	74	8	nein	
	9	77	mg/kg	4	68	12.09.18	70,8	77,44	64,17	5	nein	
	10	77	mg/kg	1	71	22.08.18	63,2	64,2	62,2	10	nein	k.A.
	11	77	mg/kg	18	54	16.10.18	40	38	41	10	nein	100
	12	77	mg/kg	28	44	24.10.18	18,99	18,73	19,25	1	ja	77

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Eugenol	1	71	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	71	mg/kg	13	59	08.-16.18	155,15	146,27	164,03		nein	
	3	71	mg/kg	34	38	17.10.18	130	130	140	5	nein	
	4	71	mg/kg	31	41	16.10.18	205	200	210	5	ja	
	5	71	mg/kg	12	60	27.08.	191	187	196	10	nein	
	6	71	mg/kg	7	65		195	200	190	29	nein	105
	7	71	mg/kg	24	48	07.09.18	172	174	171	5 mg/kg	nein	109
	8	71	mg/kg	66	6	10.10.18	151	149	152	6	nein	
	9	71	mg/kg	4	68	12.09.18	131,49	133,73	129,25	5	nein	
	10	71	mg/kg	1	71	22.08.18	164	165	164	10	nein	k.A.
	11	71	mg/kg	18	54	16.10.18	116	114	119	10	nein	100
	12	71	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month						
Evermia Furfuracea Extract	1	92	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	92	mg/kg	13	59	08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	92	mg/kg	34	38	17.10.18	negativ	negativ	negativ		nein	
	4	92	mg/kg	31	41		nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt			
	5	92	mg/kg	12	60			nicht bestimmt	nicht bestimmt			
	6	92	mg/kg	7	65		n.n.				nein	
	7	92	mg/kg	24	48	07.09.18	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar		nein	/
	8	92	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.		nein	
	9	92	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	92	mg/kg	1	71		k.A.					
	11	92	mg/kg	18	54		nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar			
	12	92	mg/kg	28	44							

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month						
Evermia Prunastri Extract	1	91	mg/kg	8	64	17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	91	mg/kg	13	59	08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	91	mg/kg	34	38	17.10.18	negativ	negativ	negativ		nein	
	4	91	mg/kg	31	41		nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt			
	5	91	mg/kg	12	60			nicht bestimmt	nicht bestimmt			
	6	91	mg/kg	7	65		n.n.				nein	
	7	91	mg/kg	24	48	07.09.18	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar		nein	/
	8	91	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.		nein	
	9	91	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	91	mg/kg	1	71		k.A.					
	11	91	mg/kg	18	54		nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar	nicht nachw eisbar			
	12	91	mg/kg	28	44							

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Famesol	1	82	mg/kg	8	64	17/10	28,7	24,1	33,4	5	ja	
	2	82	mg/kg	13	59	08.-16.18	59,11	54,75	63,47		nein	
	3	82	mg/kg	34	38	17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	82	mg/kg	31	41	16.10.18	110	115	105	10	ja	
	5	82	mg/kg	12	60	10.10.	nicht auswertbar	nicht auswertbar	nicht auswertbar	100	nein	
	6	82	mg/kg	7	65		n.n.			28	nein	112
	7	82	mg/kg	24	48	07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	99
	8	82	mg/kg	66	6	10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	7	nein	
	9	82	mg/kg	4	68	12.09.18	<BG			5	nein	
	10	82	mg/kg	1	71	22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	82	mg/kg	18	54	16.10.18	46	47	45	10	nein	100
	12	82	mg/kg	28	44							

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Geraniol	1	78	mg/kg	8	64	17/10	77,3	71,4	83,2	5	ja	
	2	78	mg/kg	13	59	08.-16.18	126,26	133,53	119		nein	
	3	78	mg/kg	34	38	17.10.18	65	65	65	5	nein	
	4	78	mg/kg	31	41	16.10.18	100	105	95	5	ja	
	5	78	mg/kg	12	60	27.08.	99	97	102	10	nein	
	6	78	mg/kg	7	65		112	110	114	13	nein	88
	7	78	mg/kg	24	48	07.09.18	78	74	82	5 mg/kg	nein	107
	8	78	mg/kg	66	6	10.10.18	66,9	65,7	68,1	7	nein	
	9	78	mg/kg	4	68	12.09.18	79,74	72,21	87,28	5	nein	
	10	78	mg/kg	1	71	22.08.18	75,3	75,5	75,2	10	nein	k.A.
	11	78	mg/kg	18	54	16.10.18	79	80	78	10	nein	100
	12	78	mg/kg	28	44	24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Hydroxycitronellal	1	72	mg/kg			17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	72	mg/kg			08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	72	mg/kg			17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	72	mg/kg			16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	72	mg/kg			27.08.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	72	mg/kg				n.n.	n.n.	n.n.	31	nein	125
	7	72	mg/kg			07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	101
	8	72	mg/kg			10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	7	nein	
	9	72	mg/kg			12.09.18	<BG			5	nein	
	10	72	mg/kg			22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	72	mg/kg			16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	72	mg/kg			24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Hexylcinnamaldehyd	1	87	mg/kg			17/10	85	84,4	85,7	5	ja	
	2	87	mg/kg			08.-16.18	50,76	47,82	53,69		nein	
	3	87	mg/kg			17.10.18	76	75	77	5	nein	
	4	87	mg/kg			16.10.18	115	120	110	5	ja	
	5	87	mg/kg			27.08.	174	169	179	10	nein	
	6	87	mg/kg				145	140	150	42	nein	101
	7	87	mg/kg			07.09.18	104	104	103	5 mg/kg	nein	100
	8	87	mg/kg			10.10.18	110	108	112	7	nein	
	9	87	mg/kg			12.09.18	71,24	78,35	64,13	5	nein	
	10	87	mg/kg			22.08.18	109	109	109	10	nein	k.A.
	11	87	mg/kg			16.10.18	85	84	86	10	nein	100
	12	87	mg/kg			24.10.18	46,94	45,39	48,49	1	ja	91

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Hydroxyisohexyl 3-Cyclohexene Carboxaldehyde	1	79	mg/kg			17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	79	mg/kg			08.-16.18	18,09	19,44	16,73		nein	
	3	79	mg/kg			17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	79	mg/kg			16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	10	ja	
	5	79	mg/kg			27.08.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	79	mg/kg				n.n.	n.n.	n.n.		nein	106
	7	79	mg/kg			07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	97
	8	79	mg/kg			10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	15	nein	
	9	79	mg/kg			12.09.18	<BG			5	nein	
	10	79	mg/kg			22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	79	mg/kg			16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	79	mg/kg									

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Isoeugenol	1	73	mg/kg			17/10	144	138	151	5	ja	
	2	73	mg/kg			08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	73	mg/kg			17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	73	mg/kg			16.10.18	12	12	12	5	ja	
	5	73	mg/kg			27.08.	19	19,3	19,2	10	nein	
	6	73	mg/kg				n.n.	n.n.	n.n.	39	nein	110
	7	73	mg/kg			07.09.18	8	8	7	5 mg/kg	nein	115
	8	73	mg/kg			10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	9	nein	
	9	73	mg/kg			12.09.18	<BG			5	nein	
	10	73	mg/kg			22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	73	mg/kg			16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	73	mg/kg			24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Limonene	1	88	mg/kg			17/10	255	245	265	5	ja	
	2	88	mg/kg			08.-16.18	100,89	100,23	101,56		nein	
	3	88	mg/kg			17.10.18	240	240	250	5	nein	
	4	88	mg/kg			16.10.18	295	290	300	5	ja	
	5	88	mg/kg			10.10.	453	445	462	10	nein	
	6	88	mg/kg				370	360	380	3	nein	102
	7	88	mg/kg			07.09.18	297	300	294	5 mg/kg	nein	95
	8	88	mg/kg			10.10.18	246	245	246	6	nein	
	9	88	mg/kg			12.09.18	255,88	262,23	249,52	5	nein	
	10	88	mg/kg			22.08.18	262	267	256	10	nein	k.A.
	11	88	mg/kg			16.10.18	181	176	186	10	nein	100
	12	88	mg/kg			24.10.18	88,25	86,23	90,27	1	ja	81

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Linalool	1	84	mg/kg			17/10	463	451	475	5	ja	
	2	84	mg/kg			08.-16.18	282,74	283,77	281,71		nein	
	3	84	mg/kg			17.10.18	490	490	500	5	nein	
	4	84	mg/kg			16.10.18	615	600	630	5	ja	
	5	84	mg/kg			10.10.	654	634	675	10	nein	
	6	84	mg/kg				625	620	630	23	nein	110
	7	84	mg/kg			07.09.18	544	547	541	5 mg/kg	nein	107
	8	84	mg/kg			10.10.18	449	445	452	5	nein	
	9	84	mg/kg			12.09.18	503,9	510,23	497,57	5	nein	
	10	84	mg/kg			22.08.18	566	571	560	10	nein	k.A.
	11	84	mg/kg			16.10.18	361	349	373	10	nein	100
	12	84	mg/kg			24.10.18	<1					

Parameter	Participant	Ann. III cons. no.	Unit	Sample I DLA No.	Sample II DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result Sample I	Result Sample II	Limit of quantification	Incl. RR	Recovery rate
						day/month					yes/no	in %
Methyl 2-Octynoate	1	89	mg/kg			17/10	<5	<5	<5	5	ja	
	2	89	mg/kg			08.-16.18	-	-	-		nein	
	3	89	mg/kg			17.10.18	<5	<5	<5	5	nein	
	4	89	mg/kg			16.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	5	ja	
	5	89	mg/kg			10.10.	n.n.	n.n.	n.n.	10	nein	
	6	89	mg/kg				n.n.			19	nein	90
	7	89	mg/kg			07.09.18	< 5	< 5	< 5	5 mg/kg	nein	104
	8	89	mg/kg			10.10.18	n.n.	n.n.	n.n.	6	nein	
	9	89	mg/kg			12.09.18	<BG			5	nein	
	10	89	mg/kg			22.08.18	< 10	< 10	< 10	10	nein	k.A.
	11	89	mg/kg			16.10.18	<LOQ	<LOQ	<LOQ	10	nein	100
	12	89	mg/kg			24.10.18	<1					

5.1.2 Analytische Methoden

* Bei Verwendung derselben Methode waren Hinweise zur Methode nur bei Alpha-Isomethyl Ionone anzugeben.

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Alpha-Isomethyl Ionone	1	SM-SZ-249:2018	-	-		ja	nein	-
	2	Hausmethode	Flüssigextraktion mit Cyclohexan/Ethylacetat	GC-MS			ja	
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4	Hausverfahren	Extraktion mit Cyclohexan/Ethylacetat unter Zusatz von Kieselgel und Natriumsulfat	GC-MSD Messung und Auswertung im SIM	Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5	SPME-HS GC-MS/MS (Hausmethode)	Probe wird mit Wasser/MeOH verdünnt, mit ISTD versetzt und mit SPME extrahiert	Auswertung erfolgt über 16 isotopenmarkierte interne Standards; zwei MS Übergängen werden zur Auswertung herangezogen	Interne markierte Standard und Duftstoff-Mix von Restek als Kontrolle		ja	
	6	Hausmethode	Extraktion der allg. mit org. Lsg.mittel, dann Messung mit GC/Ms-MS/MS	Extraktion mit Sonotrode		ja	ja	
	7	allergene Duftstoffe mittels GC/MS	Extraktion mit MTBE		Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8	Quantitative Bestimmung von allergenen Duftstoffen in Kosmetika	1 g Probe mit Kieselgel und Na ₂ SO ₄ verrieben + 20 ml TBME-Lösung + Int. Standard	GC-MS			bereichsakkreditiert	
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10	Hausmethode	verrührt mit Kieselgel und Na ₂ SO ₄ , mit Cyclohexan/ Ethylacetat extrahiert	GC-MS	Kalibrierung mit Standards, unabhängiger Kontrollstandard	nein	ja	
	11	MP 1197 rev 0 2004	Die Probe wurde mit einem organischen Lösungsmittel extrahiert.	Der Extrakt wurde mit GC/MS in MID-Mode gemessen.	Sigma Aldrich - CD: 93192	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Amyl Cinnamal	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: 93192	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Amylcinnamyl Alcohol	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Fluka - CD: 87894	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Anise Alcohol	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg	
	6								
	7					Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml			ja	
	10						nein	ja	
	11					Sigma Aldrich - CD: 136905	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Benzyl alcohol	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7					Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml			ja	
	10						nein	ja	
	11					Sigma Aldrich - CD: 108006	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
Benzyl Benzoate	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: B6630	nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschallbad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein	

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg
Benzyl Cinnamate	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: W214205	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Butylphenyl Methylpropional	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: 43884	nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschallbad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein		

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Benzyl Salicylate	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: W215104	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
Cinnamal	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: W228613	nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschallbad mit Lösungsmittel	GC/MS	0,1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein	

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
Cinnamyl alcohol	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: 108197	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Cital	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: C83007	nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultra-schallbad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein		

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Citronellol	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	überdeckt durch Phenoxyethanol	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: W230901	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
	1					ja / nein	ja / nein	
	2					ja	nein	
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
Coumarin	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11					nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschall-bad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein	

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
	1					ja / nein	ja / nein	
	2					ja	nein	
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
Eugenol	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11					nein	nein	
	12					Sigma Aldrich - CD: E51791		

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Evermia Furfuracea Extract	1					ja / nein	ja / nein		
	2					ja	nein		
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4								
	5								
	6								
	7					Neochema	nein	ja	
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml			ja	
	10								
	11								Test nicht in der Methode enthalten
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Evermia Prunastrii Extract	1					ja / nein	ja / nein		
	2					ja	nein		
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4								
	5								
	6								
	7					Sigma Aldrich	nein	ja	
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml			ja	
	10								
	11								Test nicht in der Methode enthalten
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Geraniol	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: W250708	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Famesol	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: F203	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Hexylcinnamaldehyd	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11					nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschall-bad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein	

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Hydroxycitronellal	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5µg/kg
	5						ja	
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11					nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Hydroxyisohexyl 3-Cyclohexene Carboxaldehyde	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: 95594	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Isoeugenol	1					ja	nein	
	2							
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	Absicherung mit GC-MSMS
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: I17206	nein	nein	
	12							

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Limonene	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: 62118	nein	nein	
	12	IFRA Method November, 2016	Schütteln und Ultraschall-bad mit Lösungsmittel	GC/MS	0.1-1 mg/L, Restek Fragrance Allergen Standards Kit	ja	nein		

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung w urde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Linalool	1					ja	nein		
	2								
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja		
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		
	5						ja		
	6								
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja		
	8								
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja		
	10					nein	ja		
	11					Sigma Aldrich - CD: 8.18627.0000	nein	nein	
	12								

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung *	Hinweise zur Messmethode *	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Methyl 2-Octynoate	1					ja / nein	ja / nein	
	2					ja	nein	
	3	LA-GC-604.05 in Anlehnung an DIN EN 16274:2012-12					ja	
	4				Externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja	
	5						ja	n.n. = kleiner Nachweisgrenze = 5mg/kg
	6							
	7				Restek Standard Kit allergenic fragrances	ja	ja	
	8							
	9	Hausverfahren	Probe+MTBE+IS	GC-MS	0,1µg/ml-10µg/ml		ja	
	10					nein	ja	
	11				Sigma Aldrich - CD: W272906	nein	nein	
	12							

5.2 Homogenität

5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen der Teilnehmer lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials zur Information darstellen:

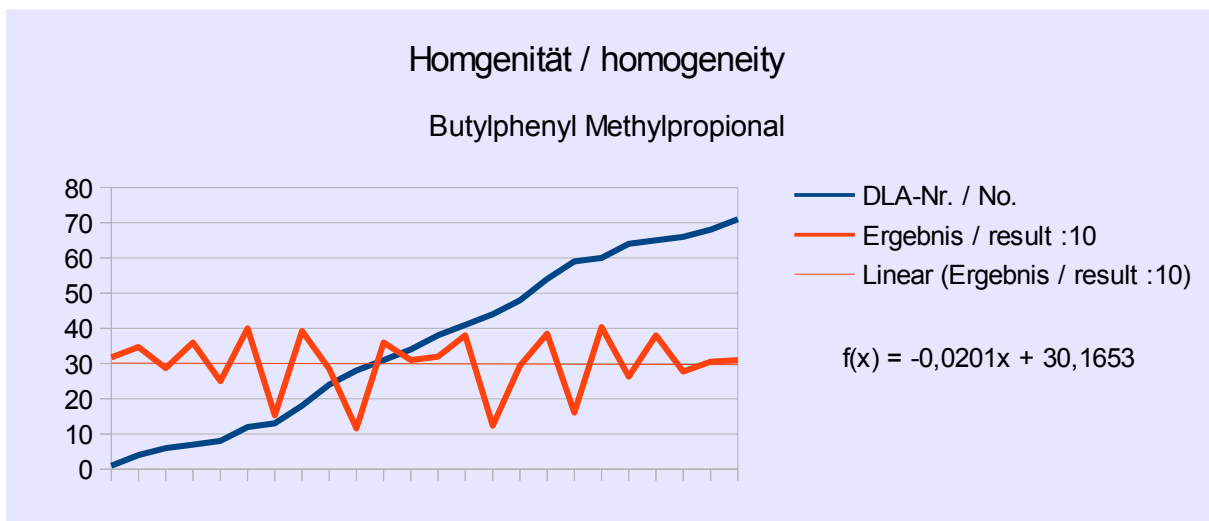
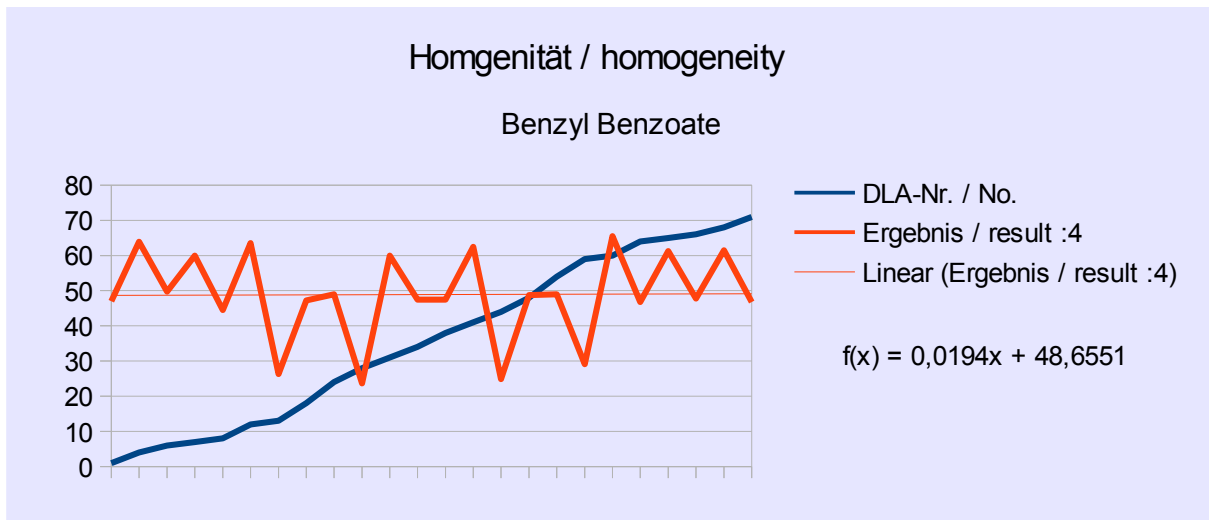


Abb./Fig. 29:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: Benzyl Benzoate und Butylphenyl Methylpropional (1/ 4 und 1/10 dargestellt)

Trend line function sample number vs. results: Benzyl Benzoate and Butylphenyl Methylpropional (1/ 4 and 1/10 shown)

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

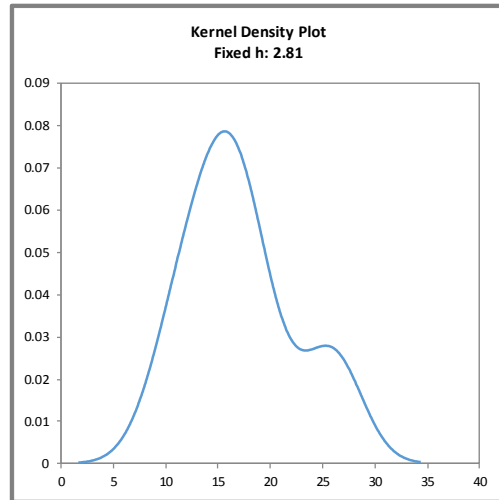
Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Teilnehmerergebnisse (mit $h = 1 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

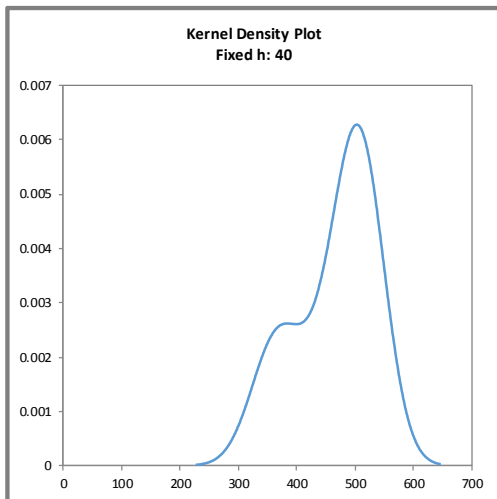
Figures:

Kernel density plots of participants' results (with $h = 1 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

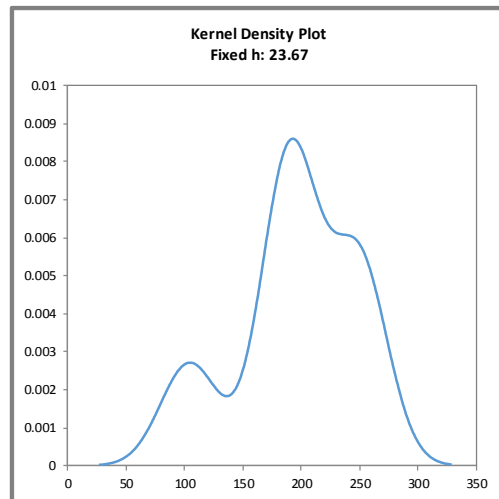
Alpha Isomethyl Ionone



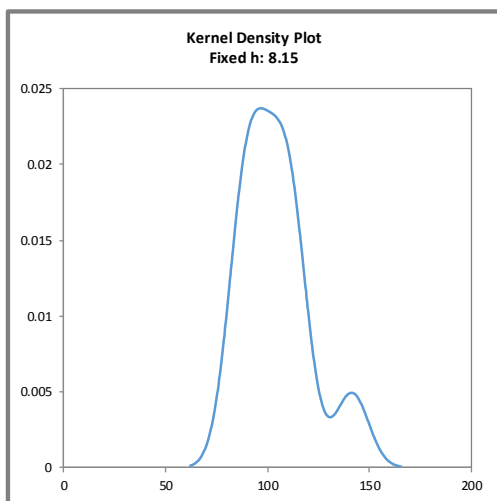
Benzyl Alcohol



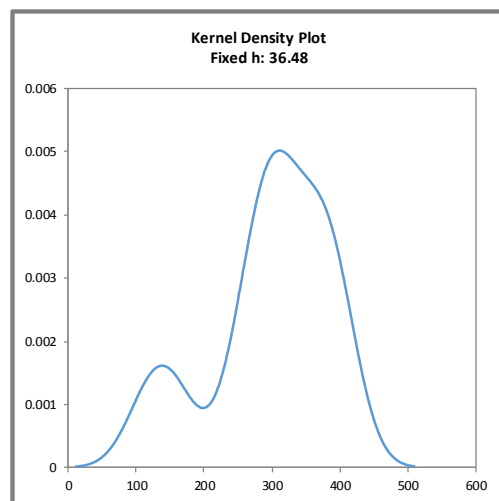
Benzyl Benzoate



Benzyl Salicylate



Butylphenyl Methylpropional



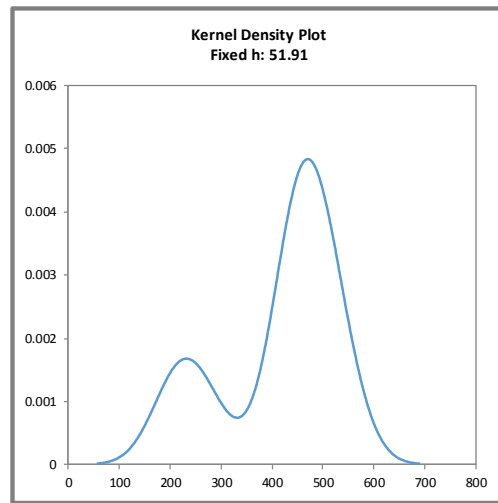
Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Teilnehmerergebnisse (mit $h = 1 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

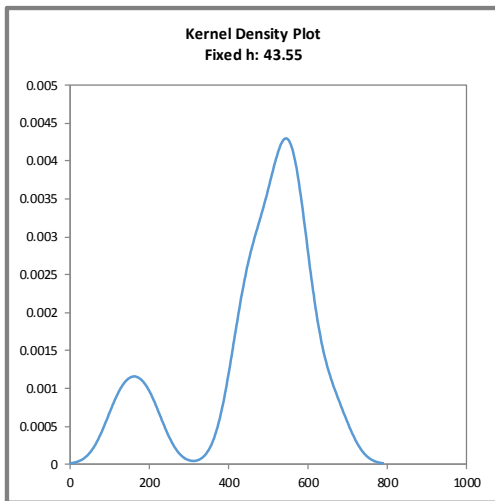
Figures:

Kernel density plots of participants' results (with $h = 1 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

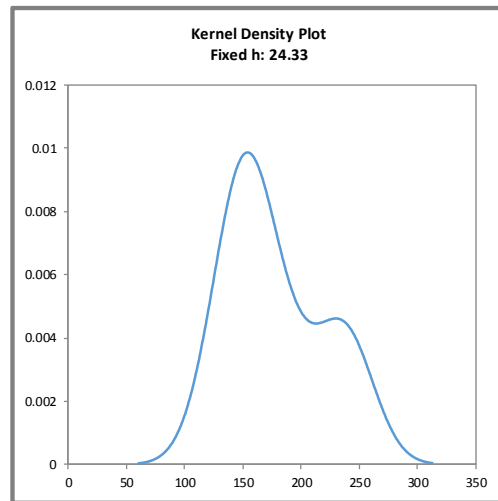
Cinnamal



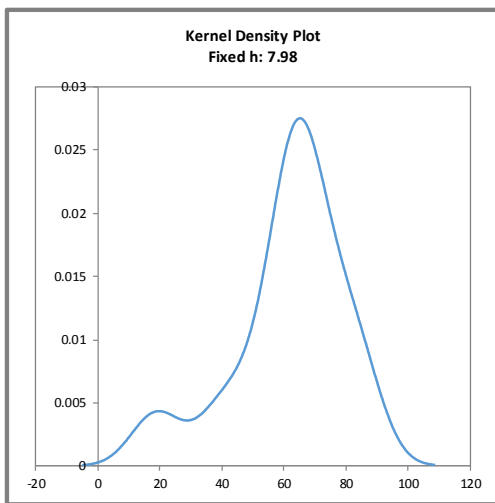
Citral



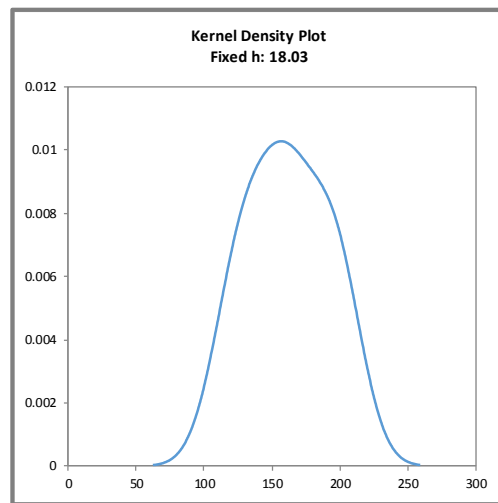
Citronellol



Coumarin



Eugenol



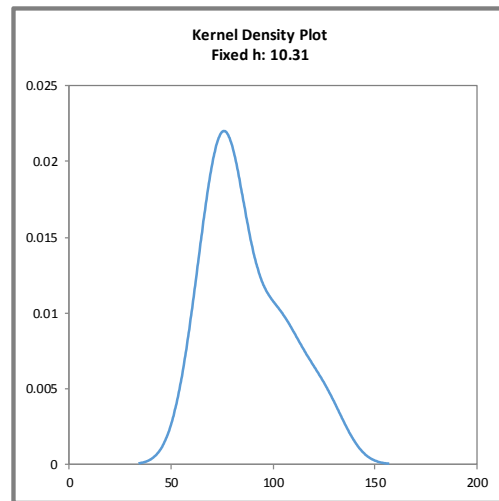
Abbildungen:

Kerndichte-Schätzungen der Teilnehmerergebnisse (mit $h = 1 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

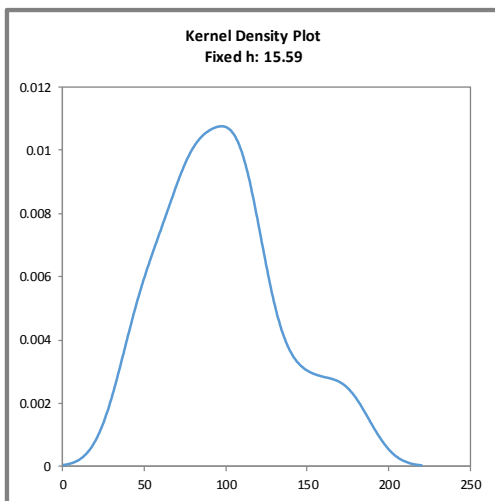
Figures:

Kernel density plots of participants' results (with $h = 1 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

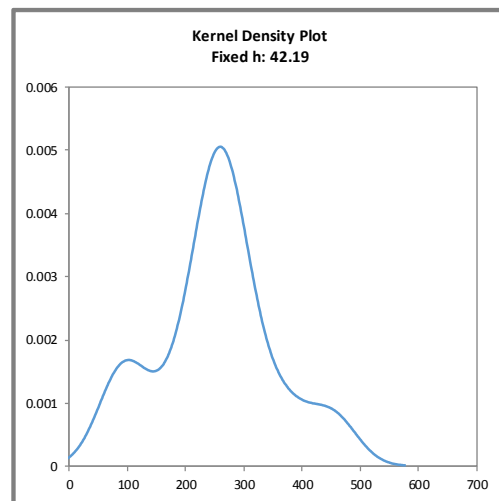
Geraniol



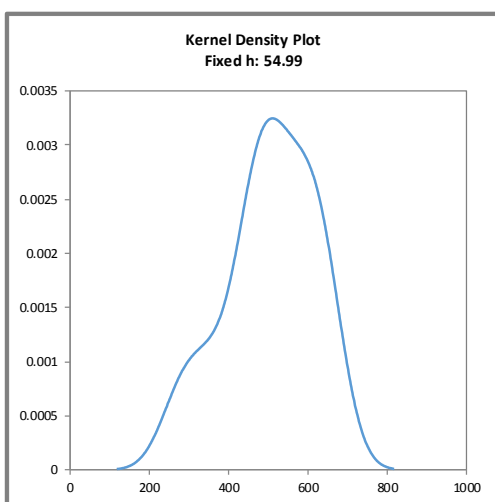
Hexylcinnamaldehyd



Limonene



Linalool



5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 53-2018
EP-Name	Kosmetische Mittel III: Allergene Duftstoffe in Hautcreme
Probenmatrix*	Proben I + II: Hautcreme/Bodylotion, handelsübliche Zusammensetzung
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 25 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: gekühlt 2 - 10 °C (trocken und dunkel)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: allergene Duftstoffe (zu kennzeichnende Stoffe nach Kosmetik Verordnung EU 1223/2009 Art.19 g + Anhang III), siehe Ergebnisabgabedatei
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 I und II - 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 19. Oktober 2018
Auswertebereich	Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler-Scharf

* 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

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		UNGARN
		Deutschland
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		KROATIEN
		Deutschland

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 – 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 – 196 (2006)
12. AMC Kernel Density – Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
18. EN 16274:2012-12 Analyseverfahren für Allergene – Quantifizierung von mutmaßlichen Allergie auslösenden Duftstoffen in Verbrauchsgütern – Stufe 1: GC-Analyse von einspritzfertigen Proben / Methods for analysis of allergens – Quantification of suspected fragrance allergens in consumer products – Step 1: GC analysis of ready-to-inject sample
19. IFRA Method: Analytical method to quantify 57 suspected allergens (and isomers) in ready to inject fragrance materials by gas chromatography and mass spectrometry, The International Fragrance Association, Analytical Working Group, November 15th, 2016
20. Belhassen et al. (2017): Routine quantification of 54 allergens in fragrances using comprehensive two-dimensional gas chromatography-quadrupole mass spectrometry with dual parallel secondary columns. Part I: Method development, Flavour Fragr J. 2018;33:63-74

DLA 53/2018 - Kosmetische Mittel III

12 von 14 Teilnehmern haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Alpha-Isomethyl Ionone, Benzyl Alcohol, Benzyl Benzoate, Benzyl Salicylate, Butylphenyl Methylpropional, Cinnamal, Citral, Citronellol, Coumarin, Eugenol, Geraniol, Hexylcinnamal, Limonene, Linalool in Hautcremes bzw. Bodylotions erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz. Für die anderen Parameter lagen für eine Auswertung zu wenig Ergebnisse vor. Es lagen jeweils mindestens 64% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

3 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Ungarn, Italien, Kroatien).