

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 57/2018

Produkt für Kinder I:

PAK in Kunststoff-Spielzeug

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)

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	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
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 57/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (17. 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.
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 17. Januar 2019
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	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.
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.

Inhalt

1. Einleitung.....	5
2. Durchführung.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	6
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
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.....	12
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	13
3.7 z-Score.....	13
3.8 z'-Score.....	16
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	16
3.10 Quotient S^*/opt	17
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	17
4. Ergebnisse.....	18
4.1 Naphthalin in mg/kg.....	20
4.2 Acenaphtylen(e) in mg/kg.....	22
4.3 Acenaphthen(e) in mg/kg.....	24
4.4 Fluoren(e) in mg/kg.....	26
4.5 Phenanthren(e) in mg/kg.....	28
4.6 Anthracen(e) in mg/kg.....	30
4.7 Fluoranthen(e) in mg/kg.....	32
4.8 Pyren(e) in mg/kg.....	34
4.9 Chrysen(e) in mg/kg.....	36
4.10 Benzo[a]anthracen(e) in mg/kg.....	38
4.11 Benzo[b]fluoranthen(e) in mg/kg.....	40
4.12 Benzo[j]fluoranthen(e) in mg/kg.....	42
4.13 Benzo[k]fluoranthen(e) in mg/kg.....	44
4.14 Benzo[e]pyren(e) in mg/kg.....	46
4.15 Benzo[a]pyren(e) in mg/kg.....	48
4.16 Indeno[1,2,3-cd]pyrene in mg/kg.....	50
4.17 Dibenzo[ah]anthracen(e) in mg/kg.....	52
4.18 Benzo[ghi]perylen(e) in mg/kg.....	54
4.19 Summe 18 PAK / Sum 18 PAH in mg/kg.....	56
4.20 Summe 7 PAK / Sum 7 PAH in mg/kg.....	58

5.	Dokumentation.....	60
5.1	Angaben der Teilnehmer.....	60
5.1.1	Primärdaten.....	60
5.1.2	Analytische Methoden.....	71
5.2	Homogenität.....	74
5.2.1	Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben. .	74
5.3	Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	75
5.4	Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	79
6.	Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	80
7.	Verzeichnis relevanter Literatur.....	81

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 zwei verschiedenen Kunststoffen. Als Basis wurde schwarzes Kunststoffgranulat verwendet. Das Granulat wurde weiter zerkleinert und anschließend gesiebt (mesh 1,8 x 20 mm). Als zweiter Kunststoff wurde ein schwarzes Gummi mit bekanntem Gehalt an Polyzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) verwendet. Das Gummi wurde per Hand in Teile von ca. 1 bis 2 mm Breite und 2 bis 3 mm Länge zerschnitten.

Für das erste Proben-Set (Batch 1) wurden beide Rohstoffe zusammen gegeben und homogenisiert.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 3 g in 28-mL-Kunststoffgefäße abgefüllt und in Folienbeutel verpackt.

Für den zweiten Probenansatz (Batch 2) wurde von beiden Kunststoffen separat jeweils eine definierte Menge in jedes einzelne 28-mL-Kunststoffgefäß eingewogen und in Folienbeutel verpackt.

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

2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten DLA-Proben** wurde anhand einer 5 fach Bestimmung als Gesamtsumme der PAK mittels photometrischer Methode überprüft. Mit einer Wiederholstandardabweichung von 9,5 % kann die Homogenität als akzeptable angesehen werden. Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchung von Batch 2 sind in der Dokumentation angegeben.

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

2.1.2 Stabilität

Die Erfahrungen mit DLA-Referenzmaterialien und vergleichbaren Rohstoffen zeigen eine gute Lagerstabilität des Materials und bezüglich des Gehalts an den EP-Parametern. 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 35. Kalenderwoche 2018 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials (Batch 1) verschickt. In der 40. Kalenderwoche 2018 wurde eine weitere Probe (Batch 2) verschickt.

Zur quantitativen Bestimmung der PAK sollte die Methode des Ausschusses für Produktsicherheit der Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (AfPS 2014:01 PAK) oder eine vergleichbare Methode eingesetzt werden. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 26. November 2018 (verlängerte Abgabefrist).

Mit dem 1. Proben-Anschreiben (Batch 1) wurden den Teilnehmern u.a. nachstehende Informationen mitgeteilt:

Bei den beiden Mustern handelt es sich um gleiche Proben einer Mischung aus Kunststoff- bzw. Gummiteilen von Spielzeug mit den zu bestimmenden Parametern Polyzyklische Aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK), als Einzelverbindungen sowie Summe 18 PAK und 7 PAK. Die Gehalte liegen überwiegend im Bereich der einzuhaltenden Höchstwerte nach (AfPS). Die Proben werden in zerkleinerter Form von max. 2-3 mm großen Partikeln zur Verfügung gestellt.

Wir empfehlen vor der Analyse die gesamte Probenmenge sorgfältig zu durchmischen.

Mit dem 2. Proben-Anschreiben (Batch 2) wurden den Teilnehmern u.a. nachstehende Informationen mitgeteilt:

Bei der beiliegenden Zusatzprobe handelt es sich um eine zweite

Abfüllung (2. Batch) mit grundsätzlich gleicher Zusammensetzung wie zuvor. Die zwei Kunststoffe wurden jedoch jeweils direkt in jedes Probengefäß abgefüllt.

Wichtiger Hinweis: Es muss daher vor der Analyse die gesamte Probenmenge sorgfältig durchmischt werden oder die gesamte Menge extrahiert werden.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.

(siehe Dokumentation unter Punkt 5.4 EP-Informationen)

Aufgrund von Nachfragen wurde den Teilnehmern per eMail zusätzlich nachstehende Empfehlung zur Probenaufarbeitung von Batch 2 gegeben:

Wir empfehlen vorzugsweise die Extraktion der gesamten Probenmenge von ca. 3 g mit 20 ml Toluol und die weitere Untersuchung der PAK nach Methodenvorschrift. Die Konzentration wäre entsprechend höher, es kann aber vor der Analyse z.B. eine 1:6 Verdünnung erfolgen.

In der Probe sind nur ca. 10% PAK-haltiger Kunststoff enthalten, daher sind 20 ml ausreichend zur Extraktion.

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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 18 Teilnehmern haben 17 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Eine Anmeldung wurde nach dem Probenversand storniert.

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 Berech-

nung der Wiederholstandabweichung S_r , auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien S_w bezeichnet, nach: [3, 4].

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

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer

ber 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 in der vorliegenden LVU für alle Parameter die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet. Die Standardunsicherheit wurde zusätzlich für alle Parameter berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.8).

Zur Information wurden neben den z'-Scores auch die z-Scores in der Auswertung angegeben.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die Bestimmung von PAK in Kontakt-Materialien zur Zuerkennung des GS-Zeichens für Produktsicherheit erfolgt gemäß AfPS-Methode. Vergleichs- und Wiederholstandardabweichungen sind dort nicht angegeben [18].

Die in Tabelle 1 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methode für die Bestimmung von PAK in Schredderabfällen ermittelt [19].

Tabelle 1: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [19]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
PAK einzeln	Schredderleichtfraktion	0,247 - 8,84 mg/kg	3,6 - 19,8 %	20,8 - 74,1 %	19,8 - 72,8 %	EN 15527 [19]
Summe 16 PAK	Schredderleichtfraktion	36,5 mg/kg	6,3 %	20,5 %	20,0 %	EN 15527 [19]

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 wurde die Zielstandardabweichung gemäß 3.6.1 unter Verwendung von z'-Scores als geeignet angesehen.

Tabelle 2 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

Gesetzliche Regelungen und GS-Prüfung

Grenzwerte für bestimmte PAK in Kunststoff- und Gummiteilen in Erzeugnissen für Verbraucher sind in Anhang XVII der REACH-Verordnung (1906/2006/EU) zuletzt geändert durch Verordnung EU 1272/2013 [18] angegeben. Die Prüfung und Bewertung von PAK bei der Zuerkennung des GS-Zeichens erfolgt nach der Methode des Ausschusses für Produktsicherheit (AfPS) [18]. Dort sind Verbraucherprodukte in 3 Kategorien mit jeweils einzuhaltenden PAK-Höchstgehalten angeführt [18].

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.

Tabelle 2: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu der vorangegangenen LVU 2016 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/kg]	rob. SD (S*) [mg/kg]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Naphthalin	Kunstst.	0,489	0,0969	34,3 %	1,9	DLA 73/2016
Naphthalin	Kunstst.	0,178	0,168	54,5 %	1,7 ¹	DLA 57/2018
Acenaphthylen	Kunstst.	0,240	0,0808	33,7 %	1,7	DLA 73/2016
Acenaphthylen	Kunstst.	0,0831	0,0444	53,4 %	1,4 ¹	DLA 57/2018
Acenaphthen	Kunstst.	0,338	0,126	37,4 %	2,0	DLA 73/2016
Acenaphthen	Kunstst.	0,361	0,0927	25,7 %	1,2 ¹	DLA 57/2018
Fluoren	Kunstst.	1,96	0,733	37,5 %	1,9 ¹	DLA 73/2016
Fluoren	Kunstst.	3,22	0,753	23,4 %	1,5 ¹	DLA 57/2018
Phenanthren	Kunstst.	11,1	1,56	14,1 %	1,3	DLA 73/2016
Phenanthren	Kunstst.	25,6	5,24	20,5 %	1,7 ¹	DLA 57/2018
Anthracen	Kunstst.	3,61	0,825	22,9 %	1,7	DLA 73/2016
Anthracen	Kunstst.	8,70	2,63	30,2 %	1,3 ¹	DLA 57/2018
Fluoranthren	Kunstst.	6,25	1,08	17,3 %	1,4	DLA 73/2016
Fluoranthren	Kunstst.	12,6	2,22	17,7 %	1,4 ¹	DLA 57/2018
Pyren	Kunstst.	6,34	1,36	21,4 %	1,8	DLA 73/2016
Pyren	Kunstst.	11,0	1,83	16,6 %	1,3 ¹	DLA 57/2018
Chrysen	Kunstst.	1,95	0,518	26,5 %	1,8	DLA 73/2016
Chrysen	Kunstst.	10,6	3,24	30,7 %	2,1 ¹	DLA 57/2018
Benzo[a]anthracen	Kunstst.	2,06	0,507	24,6 %	1,7	DLA 73/2016
Benzo[a]anthracen	Kunstst.	8,57	2,00	23,4 %	1,7 ¹	DLA 57/2018
Benzo[b]fluoranthren	Kunstst.	0,812	0,350	43,1 %	1,8 ¹	DLA 73/2016
Benzo[b]fluoranthren	Kunstst.	2,09	0,881	42,1 %	2,1 ¹	DLA 57/2018
Benzo[k]fluoranthren	Kunstst.	0,385	0,185	48,1 %	1,9 ¹	DLA 73/2016
Benzo[k]fluoranthren	Kunstst.	0,867	0,172	19,8 %	1,1 ¹	DLA 57/2018
Benzo[j]fluoranthren	Kunstst.	0,270	0,121	44,6 %	1,6 ¹	DLA 73/2016
Benzo[j]fluoranthren	Kunstst.	0,775	0,220	28,4 %	1,4 ¹	DLA 57/2018

Fortsetzung der Tabelle auf nächster Seite

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/kg]	rob. SD (S*) [mg/kg]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/ σ_{pt}	DLA-Bericht
Benzo[a]pyren	Kunstst.	0,785	0,324	41,3 %	1,9 ¹	DLA 73/2016
Benzo[a]pyren	Kunstst.	3,73	0,710	19,0 %	1,3 ¹	DLA 57/2018
Benzo[e]pyren	Kunstst.	0,629	0,226	36,0 %	1,6 ¹	DLA 73/2016
Benzo[e]pyren	Kunstst.	3,56	0,916	25,7 %	1,6 ¹	DLA 57/2018
Indeno[1,2,3-cd]pyren	Kunstst.	0,290	0,131	45,1 %	1,8 ¹	DLA 73/2016
Indeno[1,2,3-cd]pyren	Kunstst.	0,872	0,338	38,7 %	1,9 ¹	DLA 57/2018
Dibenzo[ah]anthracen	Kunstst.	0,176	0,0894	50,7 %	**	DLA 73/2016
Dibenzo[ah]anthracen	Kunstst.	0,554	0,246	44,5 %	2,0 ¹	DLA 57/2018
Benzo[ghi]perylen	Kunstst.	0,596	0,230	38,6 %	1,8 ¹	DLA 73/2016
Benzo[ghi]perylen	Kunstst.	1,30	0,365	28,0 %	1,6 ¹	DLA 57/2018
Summe 7 PAK	Kunstst.	30,2	3,89	12,9 %	1,3	DLA 73/2016
Summe 7 PAK	Kunstst.	61,9	12,0	19,5 %	1,8 ¹	DLA 57/2018
Summe 18 PAK	Kunstst.	38,3	4,54	11,8 %	1,3	DLA 73/2016
Summe 18 PAK	Kunstst.	95,5	15,7	16,4 %	1,7 ¹	DLA 57/2018

¹ mit Zielstandardabweichung σ_{pt}

** keine statistische Auswertung (< 7 Ergebnisse)

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

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

3.8 z'-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

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

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

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

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit 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

Die Teilnehmerergebnisse des ersten Probensatzes (Batch 1) wiesen in ca. 1/3 der Fälle größere Abweichungen zwischen Probe I und II auf. Ursache hierfür war wahrscheinlich die unterschiedliche Beschaffenheit der erhaltenen Kunststoffe, die zu einer Entmischung führen kann.

Aus diesem Grund wurden ausschließlich die Ergebnisse von Batch 2 statistisch ausgewertet und in der Dokumentation angegeben.

Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Parameter annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.3). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind. Im Fall von Chrysen und Benzo[a]anthracen ist jeweils eine Verteilung der Ergebnisse mit zwei Gipfeln erkennbar. Die Angaben der Teilnehmer zu den Methoden geben jedoch keine offensichtlichen Hinweise auf eine derartige Gruppierung der Ergebnisse. Die Verteilungen gehen bei Verwendung der robusten Standardabweichung als Schätzer h in eingipfelige Verteilungen über, sodass eine Auswertung durchgeführt wurde.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für Acenaphthylen lagen < 7 Ergebnisse vor, eine statistische Auswertung wurde dennoch vorgenommen, weil die Kenndaten eine ausreichende Vergleichbarkeit der Ergebnisse belegen.

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle Parameter nach dem Modell nach Horwitz berechnet. Da die Quotienten S^*/σ_{pt} teilweise deutlich über 2,0 lagen wurde zusätzlich unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z' -Score ausgewertet. Die Quotienten S^*/σ_{pt}' lagen dann im Bereich von 2,0 (s. Tab. 2).

Die robusten Standardabweichungen liegen im Bereich der Werte der vorangegangenen LVU 2016 und sind vergleichbar mit üblichen Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (s. 3.6.3) [19].

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Es liegen 71% bis 100% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

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

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

In der unteren Tabelle sind die 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 Naphthalin in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,187
Median	0,175
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,178
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0969
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,0565
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0369
Untere Grenze des Zielbereichs	0,0647
Obere Grenze des Zielbereichs	0,291
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,71
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0428
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	75%

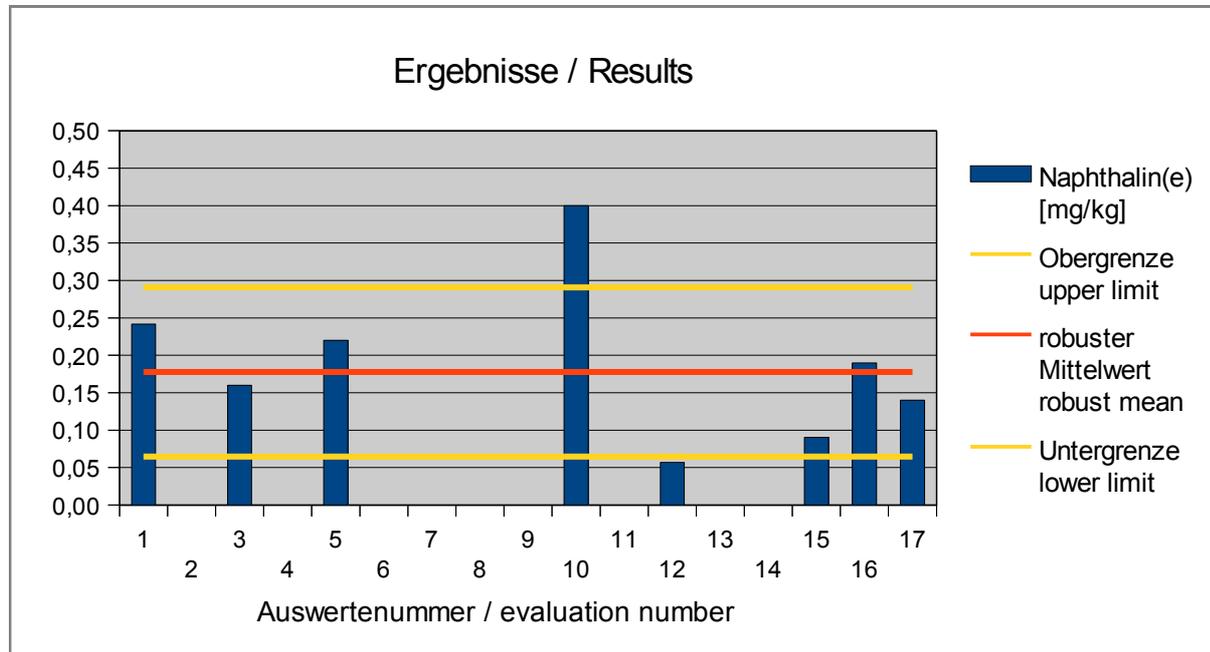


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Naphthalin / Results Naphthaline

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Naphthalin(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	0,242	0,0640	1,1	1,7	
2	< 0,2				
3	0,160	-0,0178	-0,31	-0,48	
4	< 0,2				
5	0,220	0,0422	0,75	1,1	
6	nd				
7	< 0,20				
8					
9					
10	0,400	0,2222	3,9	6,0	
11	< 0,1				
12	0,057	-0,1208	-2,1	-3,3	
13	< 0,2				
14	< 0,2				
15	0,090	-0,0874	-1,5	-2,4	
16	0,190	0,0122	0,22	0,33	
17	0,140	-0,0378	-0,67	-1,0	

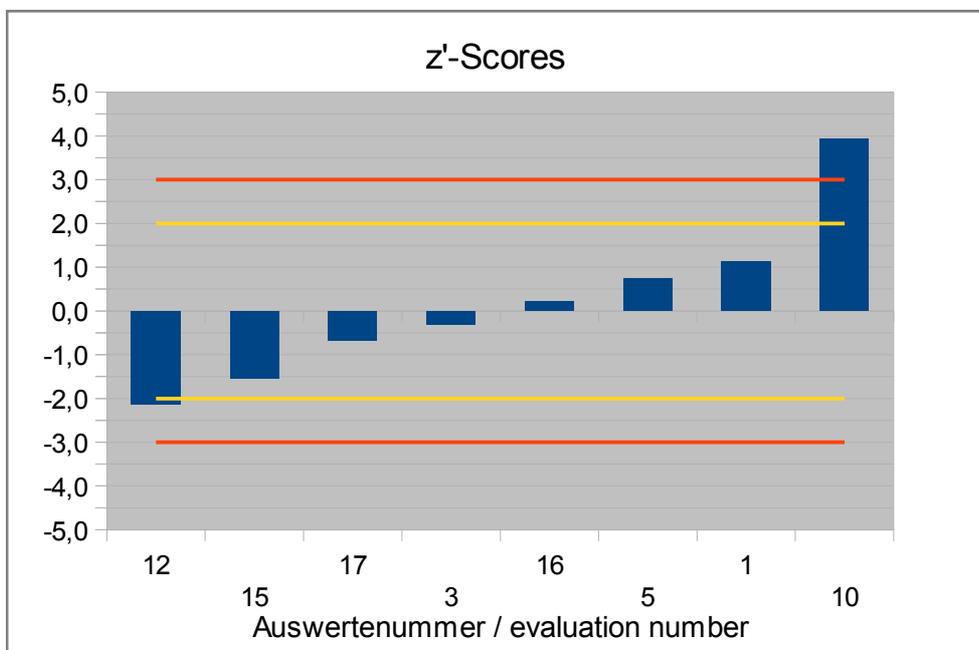


Abb. / Fig. 2: Z'-Scores Naphthalin / Naphthaline

4.2 Acenaphtylen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,0831
Median	0,0610
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,0831
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0444
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,0315
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0193
Untere Grenze des Zielbereichs	0,0202
Obere Grenze des Zielbereichs	0,146
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0248
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

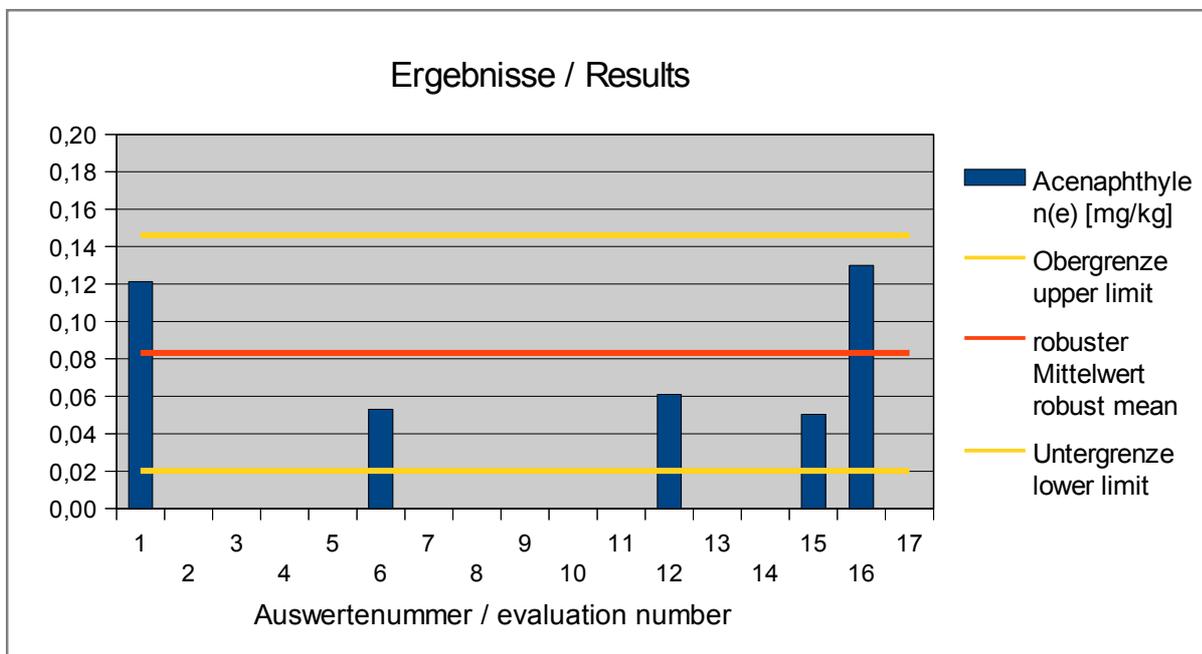


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Acenaphtylen / Results Acenaphtylene

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

Auswertenummer Evaluation number	Acenaphtylen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,121	0,038	1,2	2,0	
2	<0,2				
3	<0,1				
4	<0,2				
5	<0,2				
6	0,053	-0,030	-1,0	-1,6	
7	< 0,20				
8					
9					
10	<0,2				
11	< 0,1				
12	0,061	-0,022	-0,70	-1,1	
13	<0,2				
14	<0,2				
15	0,050	-0,033	-1,0	-1,7	
16	0,130	0,047	1,5	2,4	
17	<0,1				

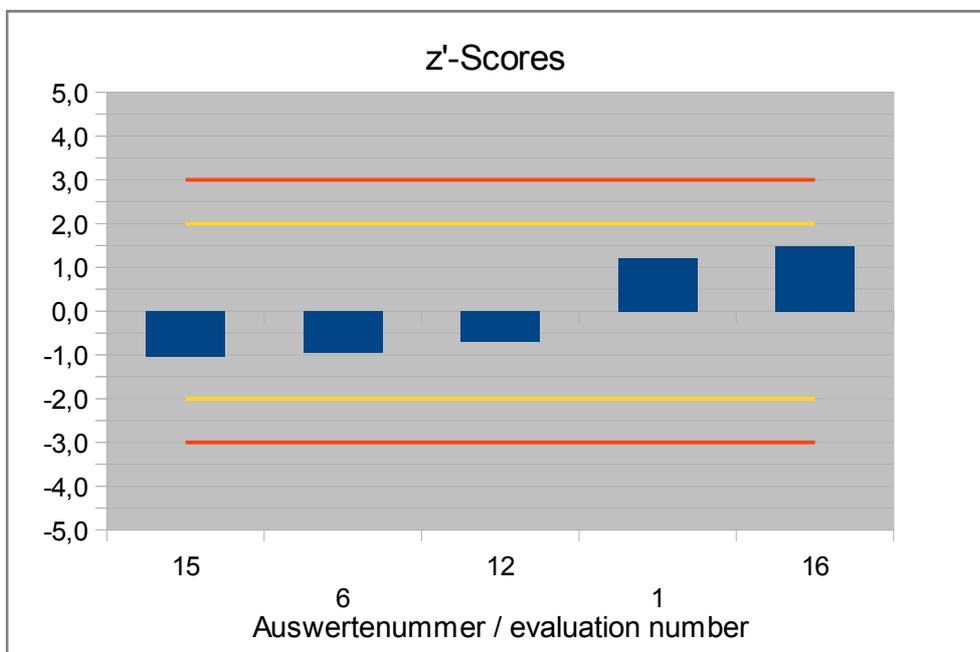


Abb. / Fig. 4: z'-Scores Acenaphtylen / Acenaphtylene

4.3 Acenaphthen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	12
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,381
Median	0,373
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,361
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0927
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,0751
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0673
Untere Grenze des Zielbereichs	0,210
Obere Grenze des Zielbereichs	0,511
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0334
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	92%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 3)

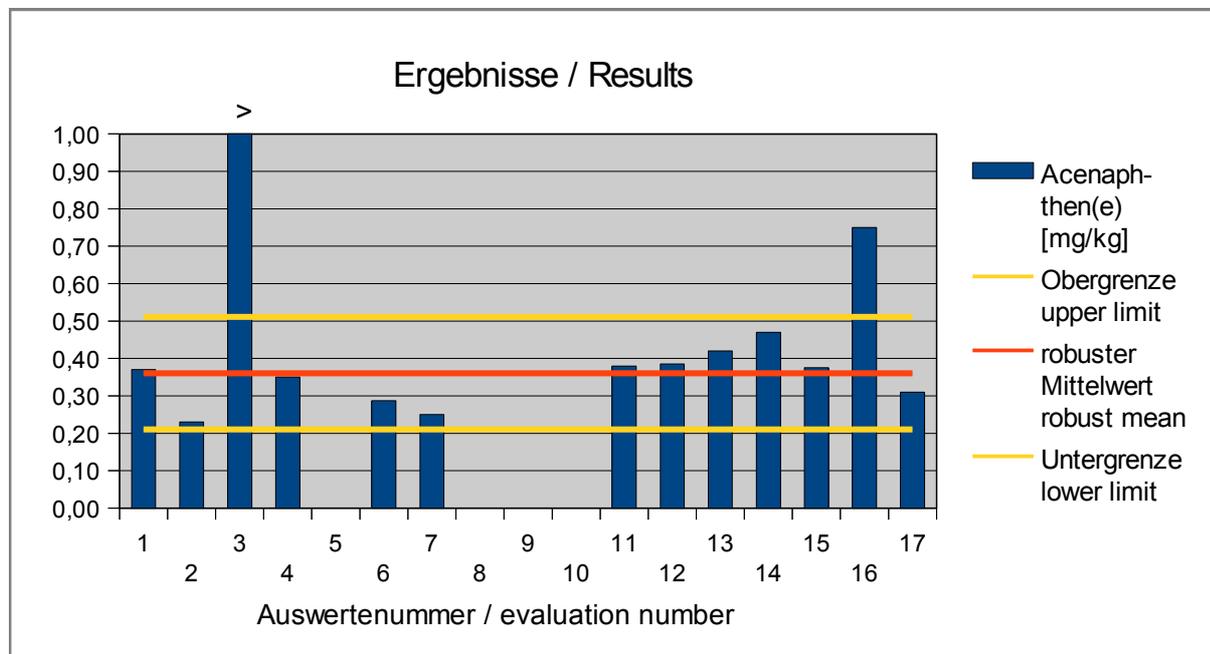


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Acenaphthen / Results Acenaphthene

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

Auswertenummer Evaluation number	Acenaphthen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,370	0,010	0,13	0,14	
2	0,230	-0,131	-1,7	-1,9	
3	3,45				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
4	0,350	-0,011	-0,14	-0,16	
5					
6	0,287	-0,074	-1,0	-1,1	
7	0,250	-0,111	-1,5	-1,6	
8					
9					
10					
11	0,380	0,019	0,26	0,29	
12	0,385	0,024	0,33	0,36	
13	0,420	0,059	0,79	0,88	
14	0,470	0,109	1,46	1,63	
15	0,375	0,015	0,19	0,22	
16	0,750	0,389	5,2	5,8	
17	0,310	-0,051	-0,67	-0,75	

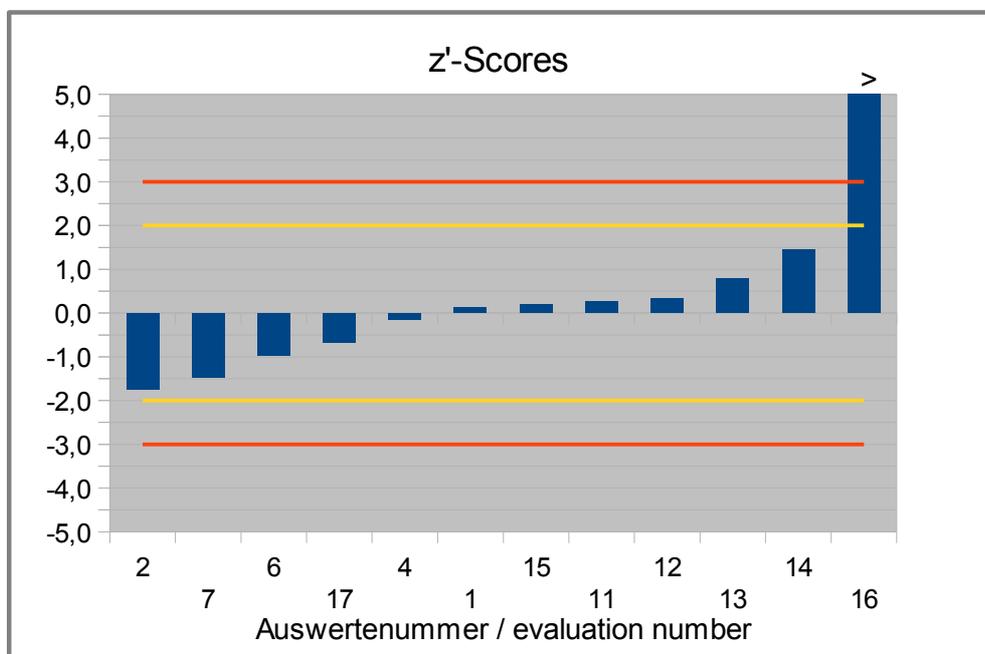


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Acenaphthen / Acenaphthene

4.4 Fluoren(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	3,13
Median	3,40
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,22
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,753
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,496
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,432
Untere Grenze des Zielbereichs	2,23
Obere Grenze des Zielbereichs	4,22
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,243
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

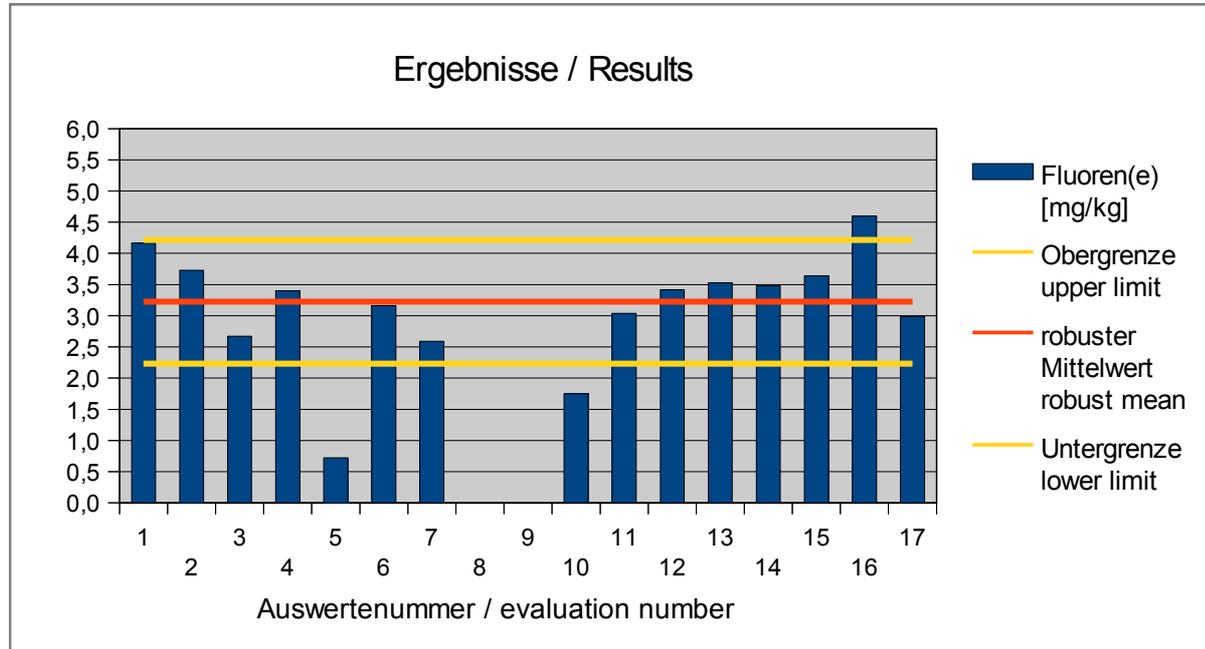


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Fluoren / Results Fluorene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Fluoren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4,16	0,940	1,9	2,2	
2	3,73	0,506	1,0	1,2	
3	2,67	-0,554	-1,1	-1,3	
4	3,40	0,176	0,36	0,41	
5	0,72	-2,50	-5,0	-5,8	
6	3,16	-0,064	-0,13	-0,15	
7	2,59	-0,634	-1,3	-1,5	
8					
9					
10	1,75	-1,474	-3,0	-3,4	
11	3,04	-0,184	-0,37	-0,43	
12	3,42	0,196	0,40	0,45	
13	3,53	0,306	0,62	0,71	
14	3,48	0,256	0,52	0,59	
15	3,64	0,417	0,84	1,0	
16	4,60	1,38	2,8	3,2	
17	2,99	-0,234	-0,47	-0,54	

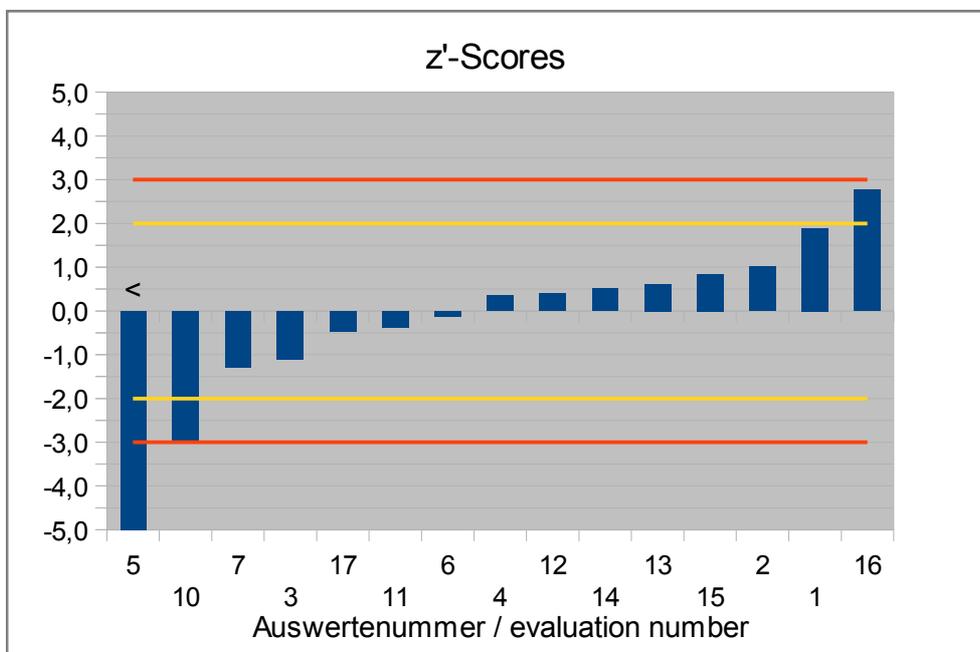


Abb. / Fig. 8: Z'-Scores Fluoren / Fluorene

4.5 Phenanthren(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	24,9
Median	25,8
Robuster Mittelwert (X_{pt})	25,6
Robuste Standardabweichung (S^*)	5,24
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	3,03
Zielstandardabweichung (zur Information)	2,51
Untere Grenze des Zielbereichs	19,5
Obere Grenze des Zielbereichs	31,7
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,7
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	1,69
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

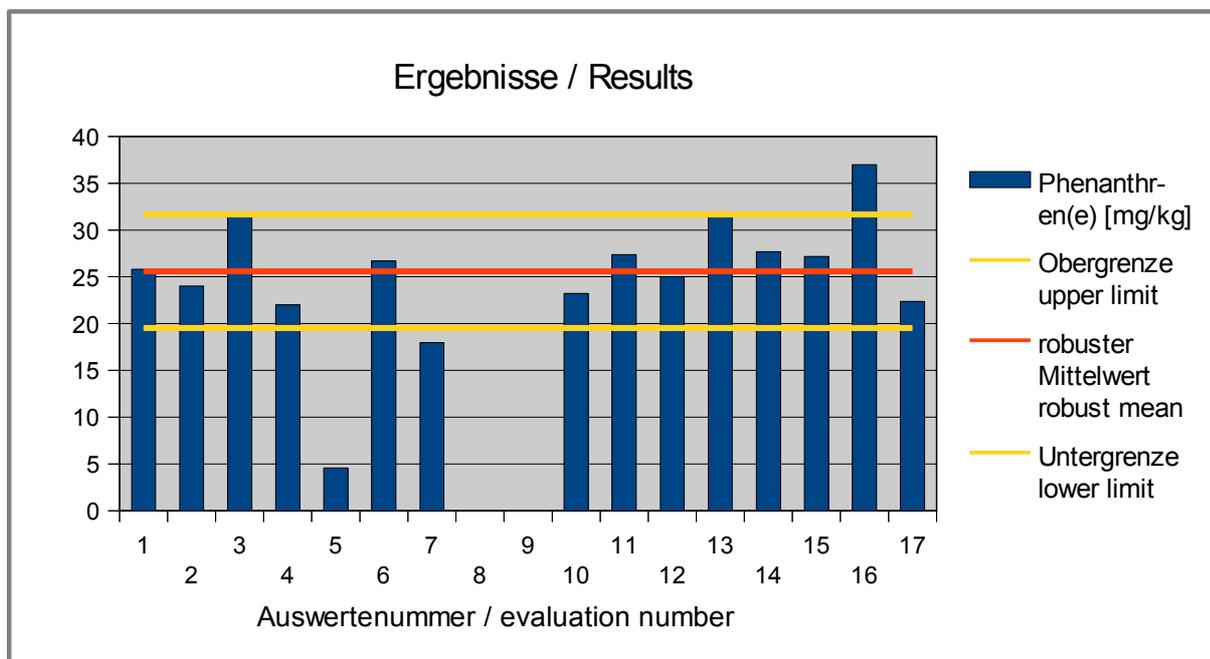


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Phenanthren / Results Phenanthrene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Phenanthren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	25,81	0,224	0,1	0,1	
2	24,01	-1,581	-0,5	-0,6	
3	31,55	5,959	2,0	2,4	
4	22,00	-3,591	-1,2	-1,4	
5	4,57	-21,02	-6,9	-8,4	
6	26,70	1,109	0,4	0,4	
7	17,96	-7,631	-2,5	-3,0	
8					
9					
10	23,22	-2,371	-0,8	-0,9	
11	27,38	1,789	0,6	0,7	
12	25,00	-0,591	-0,2	-0,2	
13	31,81	6,219	2,1	2,5	
14	27,70	2,109	0,7	0,8	
15	27,17	1,583	0,5	0,6	
16	37,00	11,41	3,8	4,5	
17	22,36	-3,231	-1,1	-1,3	

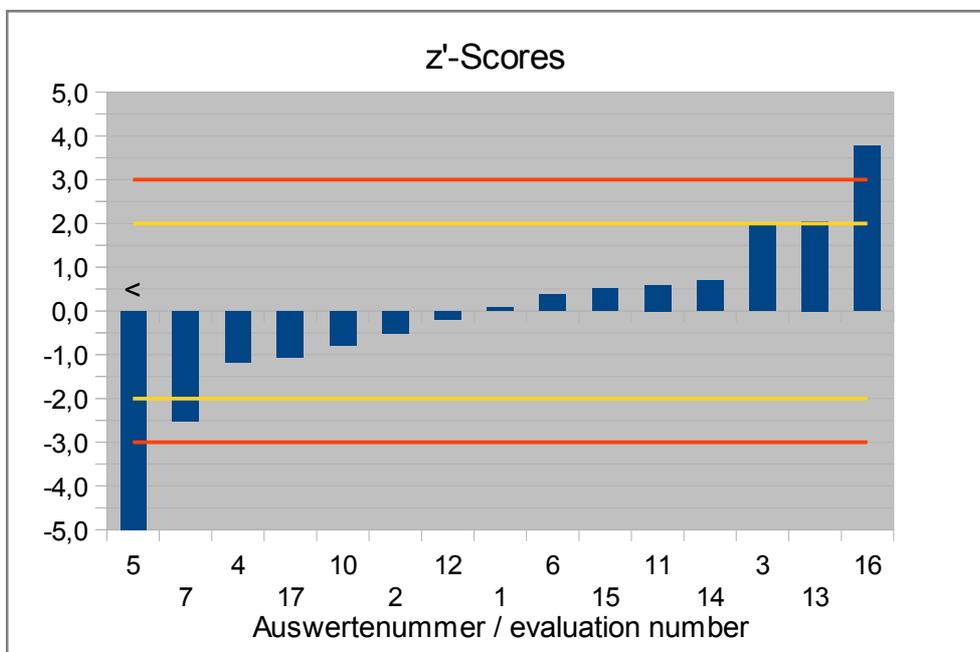


Abb. / Fig. 10: Z'-Scores Phenanthren / Phenanthrene

4.6 Anthracen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	8,59
Median	8,45
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8,70
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,63
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,31
Zielstandardabweichung (zur Information)	1,01
Untere Grenze des Zielbereichs	6,07
Obere Grenze des Zielbereichs	11,3
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,85
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

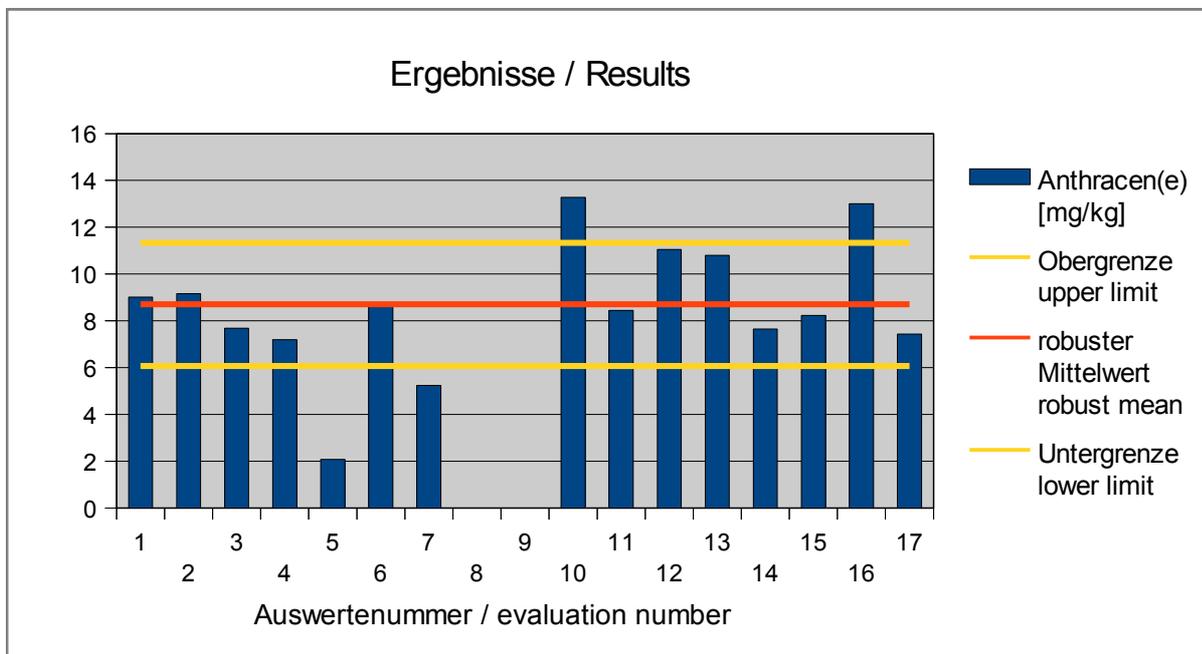


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Anthracen / Results Anthracene

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

Auswertenummer Evaluation number	Anthracen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	9,01	0,306	0,23	0,30	
2	9,16	0,456	0,35	0,45	
3	7,68	-1,02	-0,78	-1,0	
4	7,20	-1,50	-1,1	-1,5	
5	2,08	-6,62	-5,0	-6,6	
6	8,60	-0,104	-0,08	-0,10	
7	5,24	-3,46	-2,6	-3,4	
8					
9					
10	13,3	4,58	3,5	4,6	
11	8,45	-0,254	-0,19	-0,25	
12	11,1	2,35	1,8	2,3	
13	10,8	2,10	1,6	2,1	
14	7,65	-1,05	-0,80	-1,0	
15	8,24	-0,469	-0,36	-0,47	
16	13,0	4,30	3,3	4,3	
17	7,44	-1,26	-1,0	-1,3	

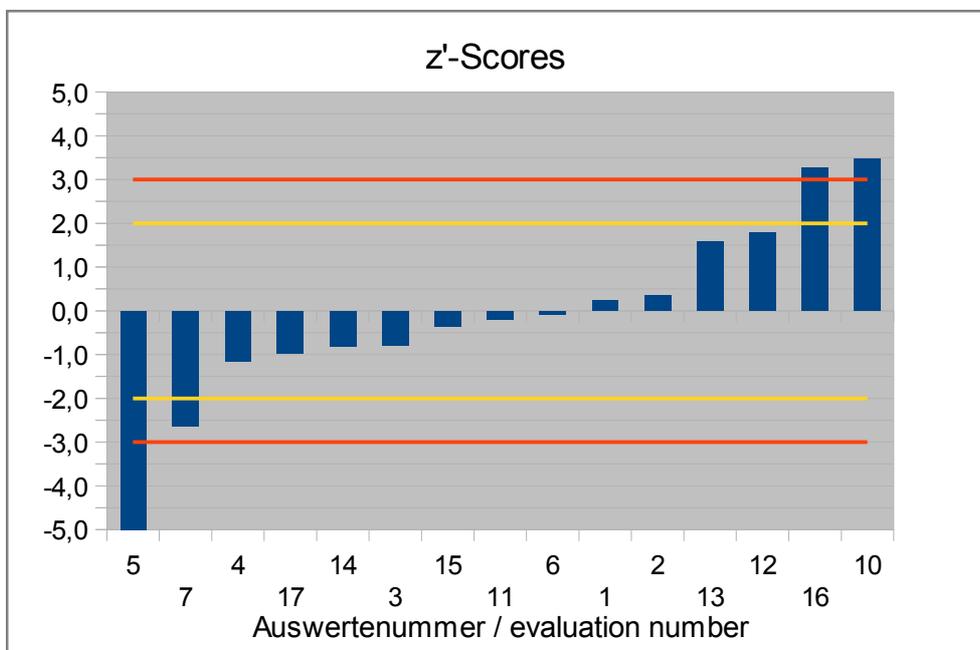


Abb. / Fig. 12: Z'-Scores Anthracen / Anthracene

4.7 Fluoranthen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	12,3
Median	12,7
Robuster Mittelwert (x_{pt})	12,6
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,22
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,55
Zielstandardabweichung (zur Information)	1,37
Untere Grenze des Zielbereichs	9,47
Obere Grenze des Zielbereichs	15,7
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,4
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,72
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

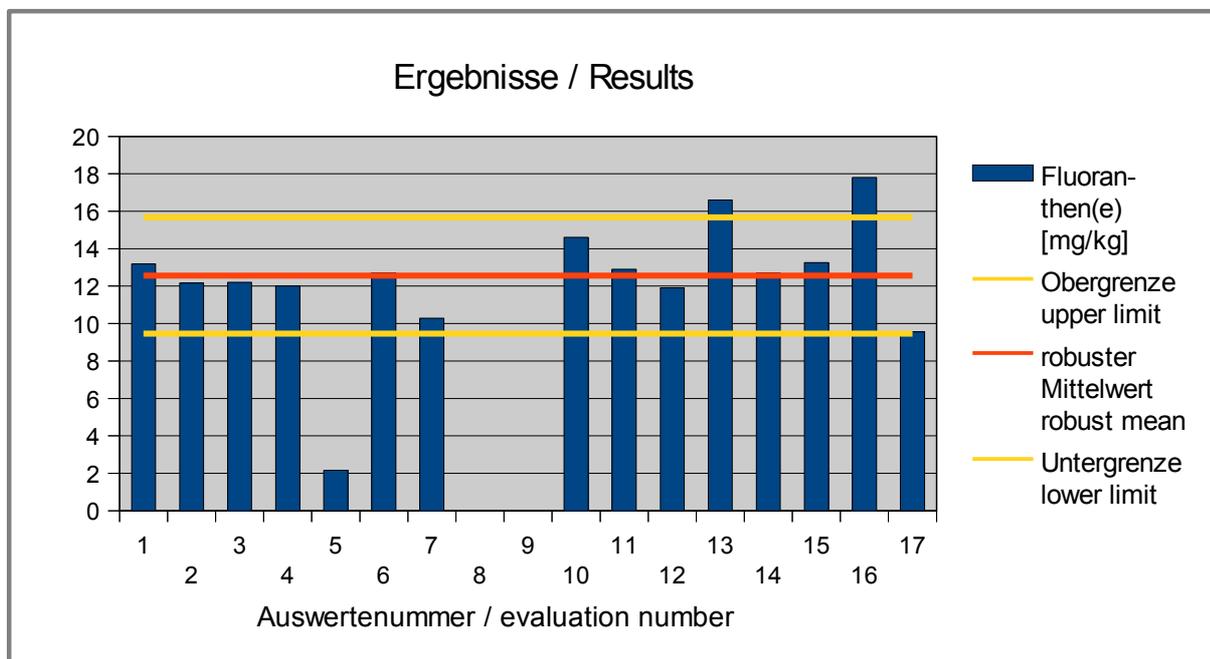


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Fluoranthen / Results Fluoranthene

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

Auswertenummer Evaluation number	Fluoranthen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	13,2	0,61	0,40	0,45	
2	12,2	-0,40	-0,26	-0,29	
3	12,2	-0,35	-0,23	-0,26	
4	12,0	-0,56	-0,36	-0,41	
5	2,16	-10,40	-6,7	-7,6	
6	12,7	0,14	0,09	0,10	
7	10,3	-2,28	-1,5	-1,7	
8					
9					
10	14,6	2,04	1,3	1,5	
11	12,9	0,34	0,22	0,24	
12	11,9	-0,66	-0,43	-0,48	
13	16,6	4,04	2,6	2,9	
14	12,7	0,14	0,09	0,10	
15	13,3	0,69	0,44	0,50	
16	17,8	5,24	3,4	3,8	
17	9,56	-3,00	-1,9	-2,2	

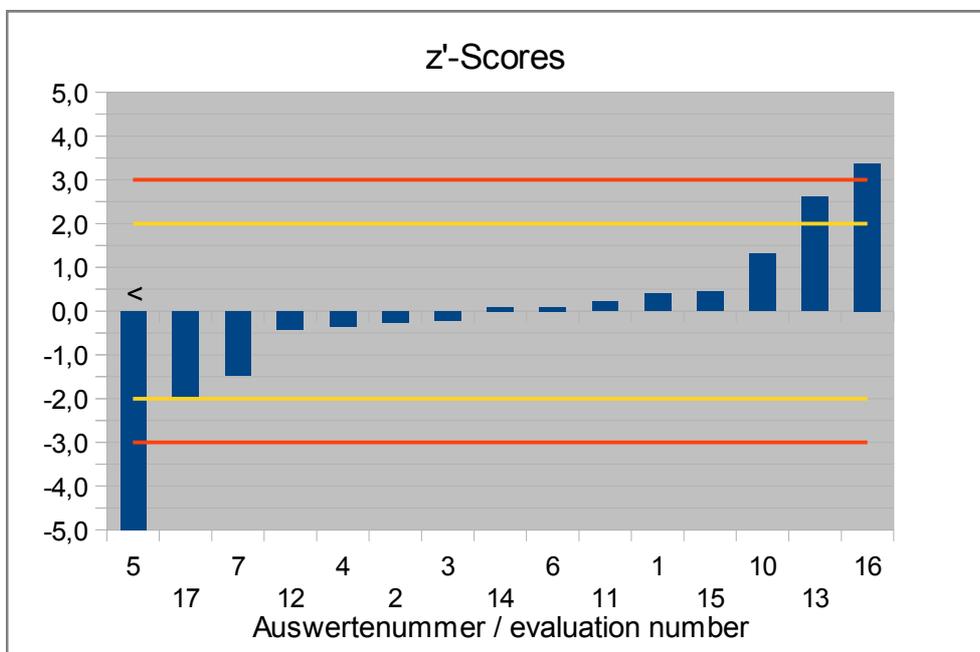
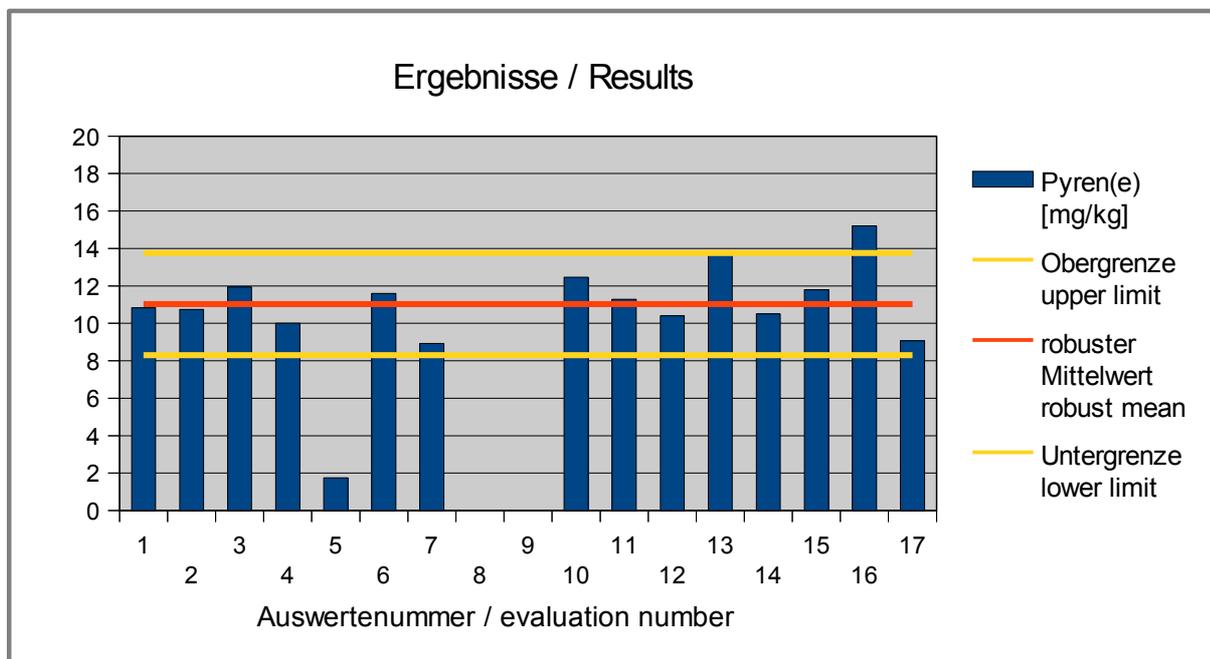


Abb. / Fig. 14: Z'-Scores Fluoranthen / Fluoranthene

4.8 Pyren(e) in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	10,7
Median	10,8
Robuster Mittelwert (X_{pt})	11,0
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,83
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,36
Zielstandardabweichung (zur Information)	1,23
Untere Grenze des Zielbereichs	8,30
Obere Grenze des Zielbereichs	13,8
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,59
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

**Abb. / Fig. 15:** Ergebnisse Pyren / Results Pyrene

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

Auswertenummer Evaluation number	Pyren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	10,8	-0,20	-0,15	-0,16	
2	10,7	-0,28	-0,21	-0,23	
3	11,9	0,91	0,66	0,74	
4	10,0	-1,02	-0,75	-0,83	
5	1,75	-9,27	-6,8	-7,5	
6	11,6	0,58	0,42	0,47	
7	8,93	-2,09	-1,5	-1,7	
8					
9					
10	12,5	1,44	1,1	1,2	
11	11,3	0,26	0,19	0,21	
12	10,4	-0,62	-0,46	-0,51	
13	13,8	2,76	2,0	2,2	
14	10,5	-0,52	-0,38	-0,43	
15	11,8	0,77	0,57	0,63	
16	15,2	4,18	3,1	3,4	
17	9,07	-1,95	-1,4	-1,6	

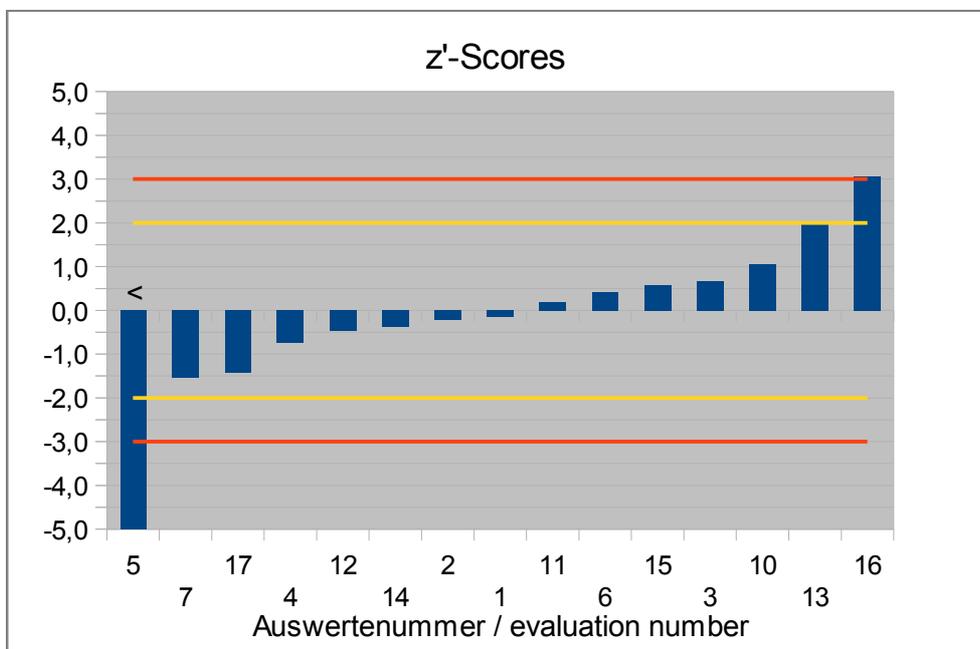


Abb. / Fig. 16: z'-Scores Pyren / Pyrene

4.9 Chrysen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	10,6
Median	10,1
Robuster Mittelwert (x_{pt})	10,6
Robuste Standardabweichung (S^*)	3,24
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,58
Zielstandardabweichung (zur Information)	1,19
Untere Grenze des Zielbereichs	7,40
Obere Grenze des Zielbereichs	13,7
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,1
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	1,05
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 5 und 9)

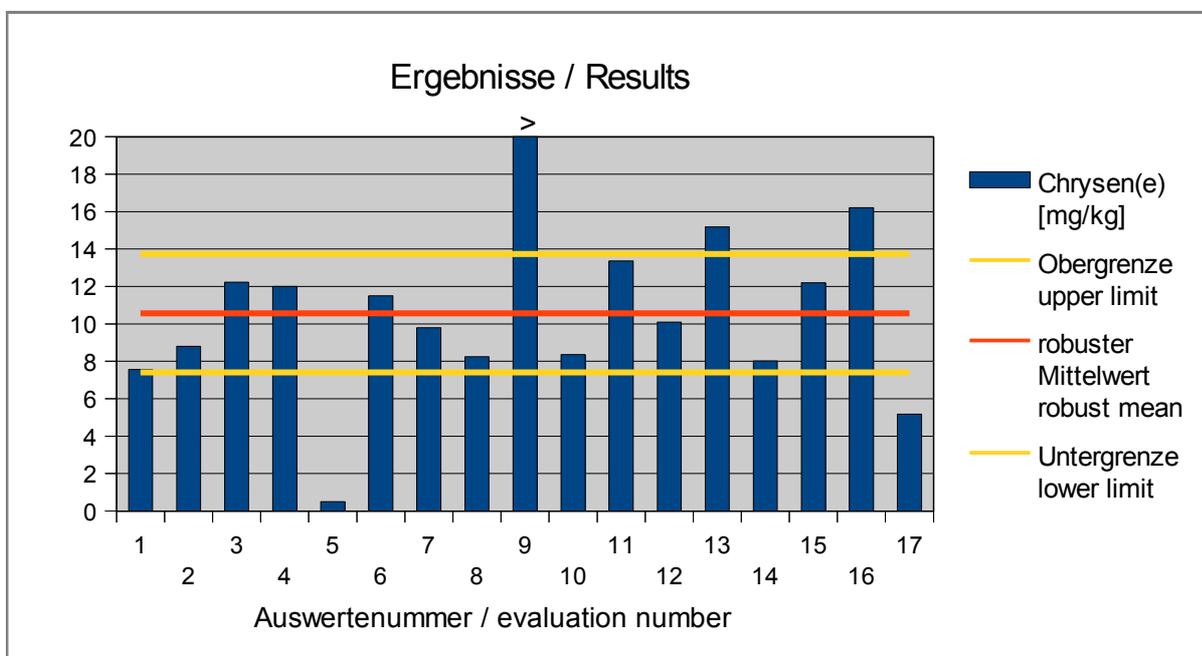


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Chrysen / Results Chrysen

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Chrysen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		(Info)	Remark
1	7,6	-3,00	-1,90	-2,53	
2	8,8	-1,77	-1,12	-1,49	
3	12,2	1,66	1,05	1,40	
4	12,0	1,43	0,91	1,21	
5	0,500				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
6	11,5	0,93	0,59	0,79	
7	9,80	-0,77	-0,5	-0,6	
8	8,3	-2,32	-1,5	-2,0	
9	100				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	8,4	-2,21	-1,4	-1,9	
11	13,4	2,79	1,77	2,35	
12	10,1	-0,47	-0,30	-0,39	
13	15,2	4,62	2,9	3,9	
14	8,0	-2,55	-1,61	-2,15	
15	12,2	1,64	1,04	1,38	
16	16,2	5,63	3,6	4,8	
17	5,18	-5,39	-3,4	-4,5	

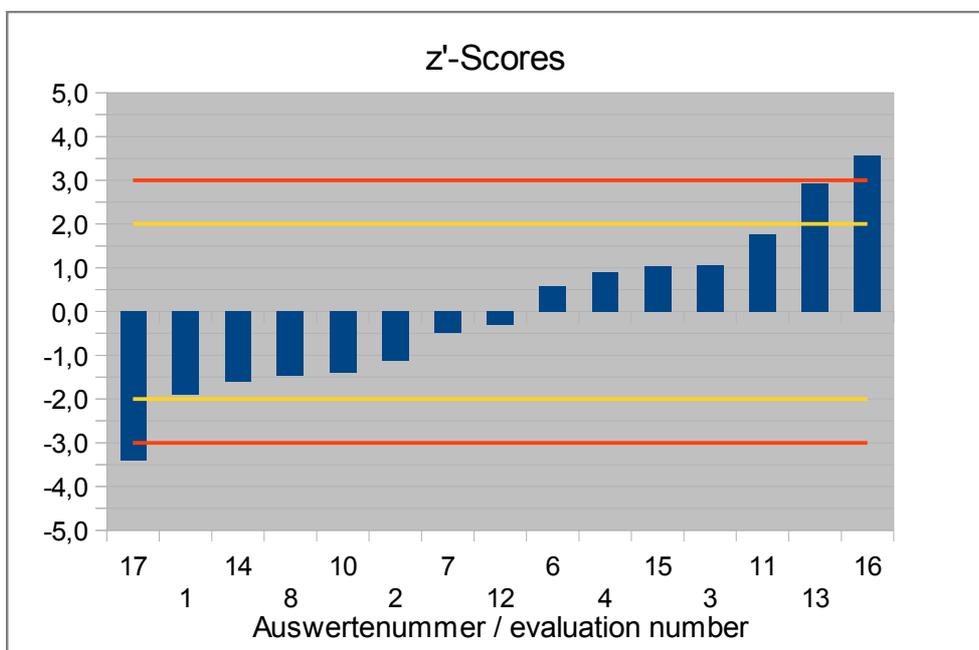


Abb. / Fig. 18: z'-Scores Chrysen / Chrysene

4.10 Benzo[a]anthracen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	8,57
Median	8,47
Robuster Mittelwert (x_{pt})	8,57
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,00
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	1,18
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,992
Untere Grenze des Zielbereichs	6,20
Obere Grenze des Zielbereichs	10,9
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,7
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,647
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	87%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 5 und 9)

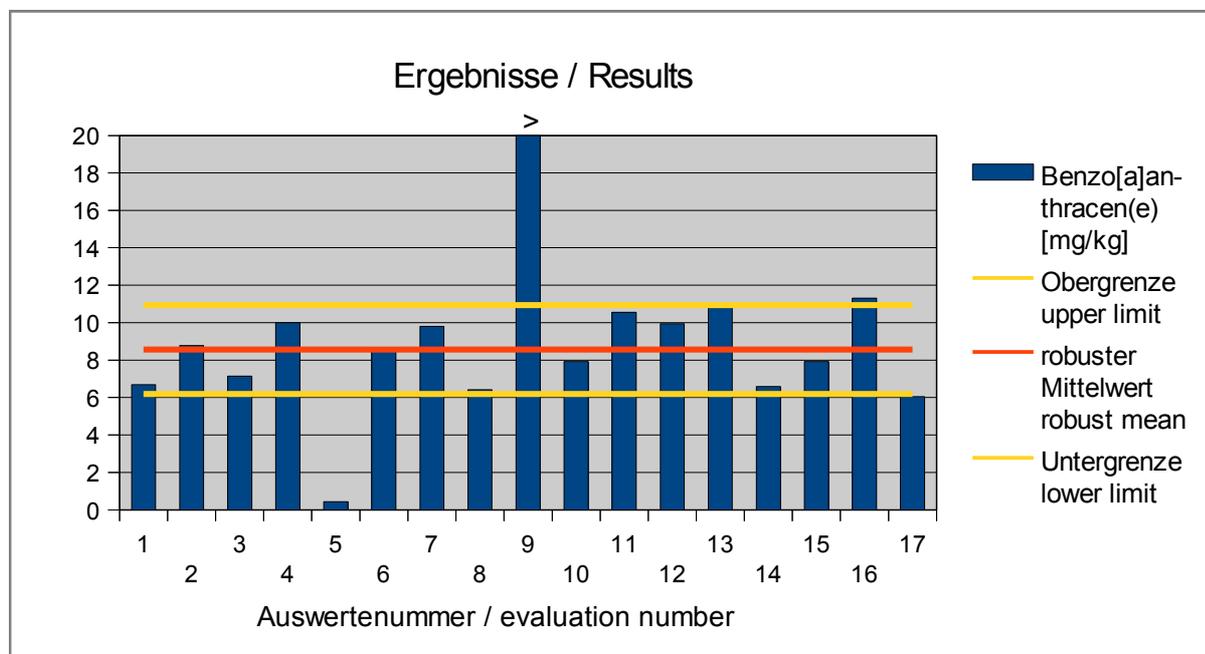


Abb. / Fig. 19: Ergebnisse Benzo[a]anthracen / Results Benzo[a]anthracen(e)

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[a]anthracen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	6,69	-1,88	-1,6	-1,9	
2	8,77	0,20	0,17	0,21	
3	7,14	-1,43	-1,2	-1,4	
4	10,0	1,43	1,2	1,4	
5	0,430				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
6	8,47	-0,10	-0,08	-0,10	
7	9,80	1,23	1,0	1,2	
8	6,42	-2,15	-1,8	-2,2	
9	58,9				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	7,92	-0,65	-0,55	-0,65	
11	10,6	1,99	1,7	2,0	
12	9,94	1,37	1,2	1,4	
13	10,9	2,34	2,0	2,4	
14	6,59	-1,98	-1,7	-2,0	
15	7,92	-0,65	-0,55	-0,65	
16	11,3	2,73	2,3	2,8	
17	6,05	-2,52	-2,1	-2,5	

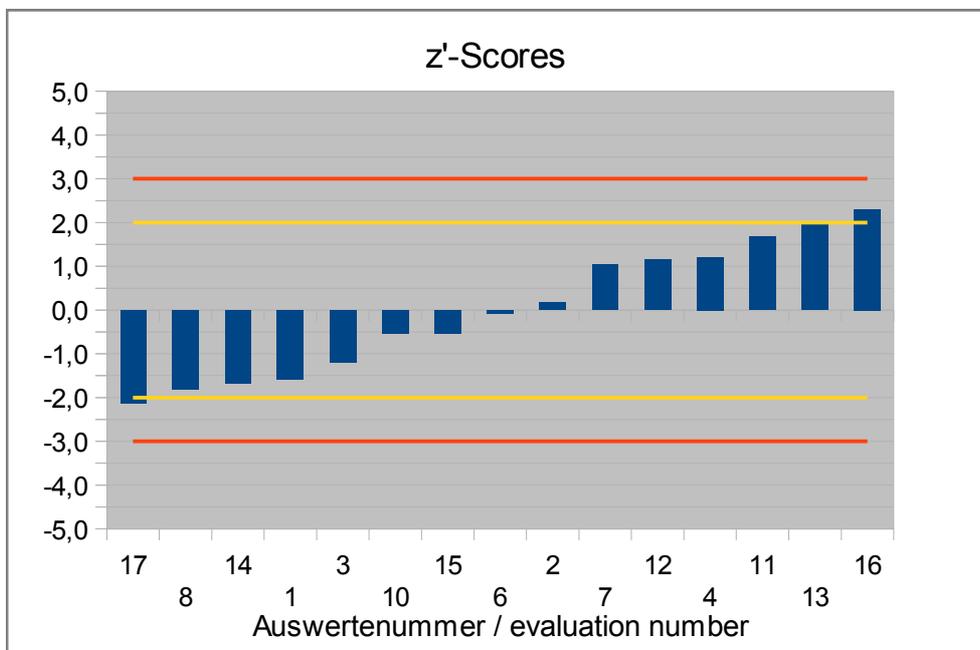


Abb. / Fig. 20: z'-Scores Benzo[a]anthracen / Benzo[a]anthracene

4.11 Benzo[b]fluoranthen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	14
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2,13
Median	1,98
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,09
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,881
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,420
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,300
Untere Grenze des Zielbereichs	1,25
Obere Grenze des Zielbereichs	2,93
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,29
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	71%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

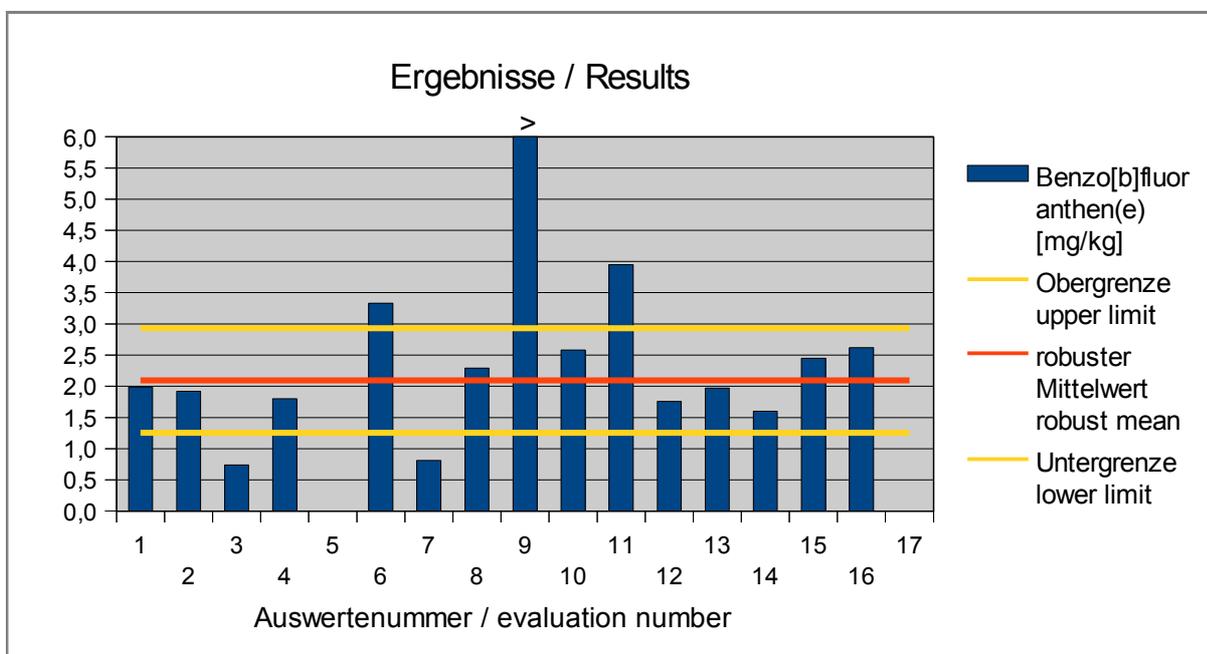


Abb. / Fig. 21: Ergebnisse Benzo[b]fluoranthen / Results Benzo[b]fluoranthen(e)

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[b]fluoranthen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,99	-0,105	-0,25	-0,35	
2	1,92	-0,173	-0,41	-0,58	
3	0,740	-1,353	-3,2	-4,5	
4	1,80	-0,293	-0,70	-1,0	
5	< 0,2				
6	3,33	1,237	2,95	4,13	
7	0,810	-1,283	-3,1	-4,3	
8	2,29	0,197	0,47	0,7	
9	17,9				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	2,58	0,487	1,16	1,6	
11	3,95	1,857	4,4	6,2	
12	1,76	-0,333	-0,79	-1,1	
13	1,97	-0,123	-0,29	-0,41	
14	1,60	-0,493	-1,2	-1,6	
15	2,45	0,354	0,84	1,18	
16	2,62	0,527	1,26	1,8	
17					

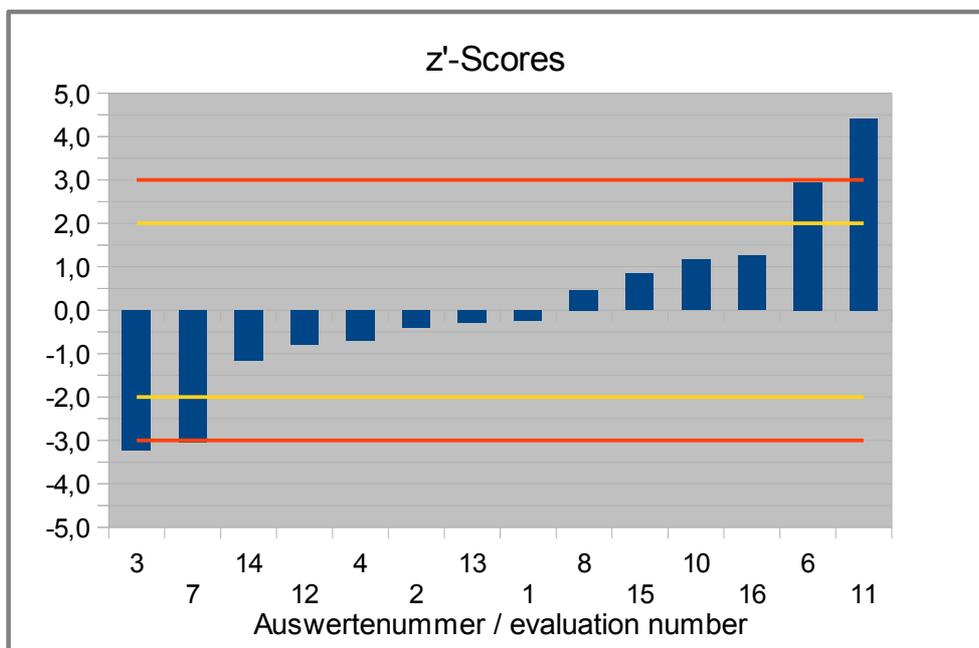


Abb. / Fig. 22: Z'-Scores Benzo[b]fluoranthen / Benzo[b]fluoranthene

4.12 Benzo[j]fluoranth(en) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	11
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,795
Median	0,774
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,775
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,220
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,153
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,129
Untere Grenze des Zielbereichs	0,469
Obere Grenze des Zielbereichs	1,08
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,08
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

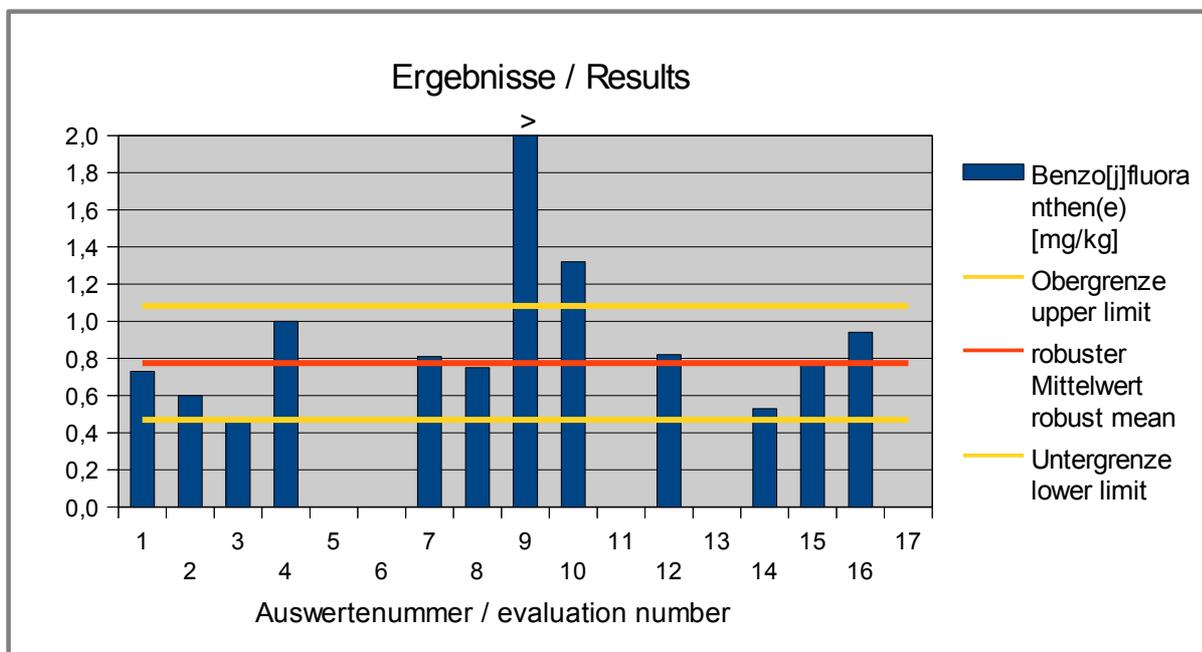


Abb. / Fig. 23: Ergebnisse Benzo[j]fluoranth(en) / Results Benzo[j]fluoranthene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[j]fluoranthen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,730	-0,045	-0,29	-0,4	
2	0,600	-0,175	-1,14	-1,36	
3	0,470	-0,305	-2,0	-2,4	
4	1,00	0,225	1,46	1,7	
5	< 0,2				
6					
7	0,810	0,035	0,2	0,3	
8	0,750	-0,025	-0,17	-0,2	
9	8,96				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	1,32	0,545	3,55	4,2	
11					
12	0,820	0,045	0,3	0,3	
13	< 0,2				
14	0,530	-0,245	-1,6	-1,9	
15	0,774	-0,001	-0,01	-0,01	
16	0,940	0,165	1,07	1,3	
17					

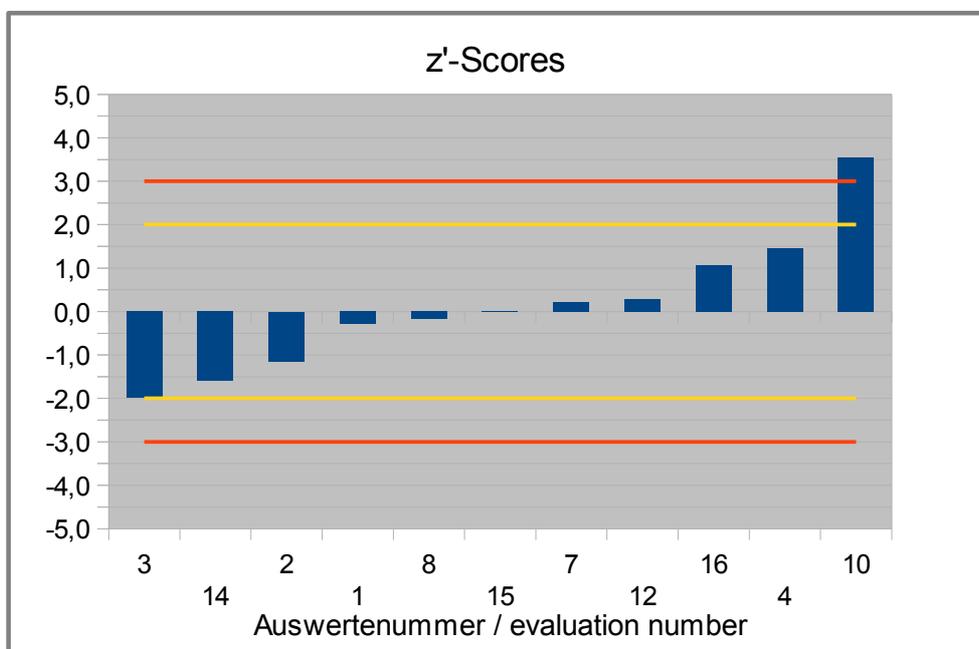


Abb. / Fig. 24: z'-Scores Benzo[j]fluoranthen / Benzo[j]fluoranthene

4.13 Benzo[k]fluoranth(en) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	13
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	0,895
Median	0,830
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,867
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,172
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,154
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,142
Untere Grenze des Zielbereichs	0,560
Obere Grenze des Zielbereichs	1,17
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0595
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	85%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 3 und 9)

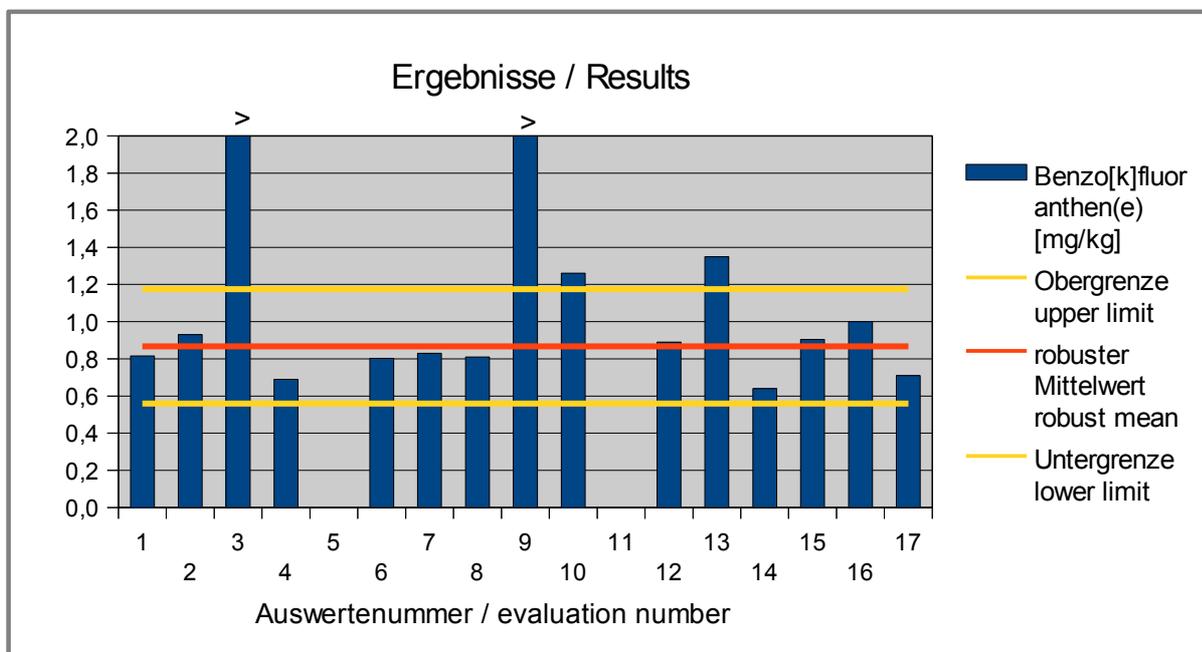


Abb. / Fig. 25: Ergebnisse Benzo[k]fluoranth(en) / Results Benzo[k]fluoranth(en)

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[k]fluoranth(en)e [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,816	-0,051	-0,33	-0,4	
2	0,930	0,063	0,41	0,44	
3	3,25				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
4	0,690	-0,177	-1,15	-1,2	
5	< 0,2				
6	0,803	-0,064	-0,42	-0,45	
7	0,830	-0,037	-0,2	-0,3	
8	0,810	-0,057	-0,37	-0,4	
9	6,65				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	1,26	0,393	2,56	2,8	
11					
12	0,890	0,023	0,1	0,2	
13	1,35	0,483	3,1	3,4	
14	0,640	-0,227	-1,5	-1,6	
15	0,904	0,037	0,24	0,26	
16	1,00	0,133	0,86	0,9	
17	0,710	-0,157	-1,0	-1,1	

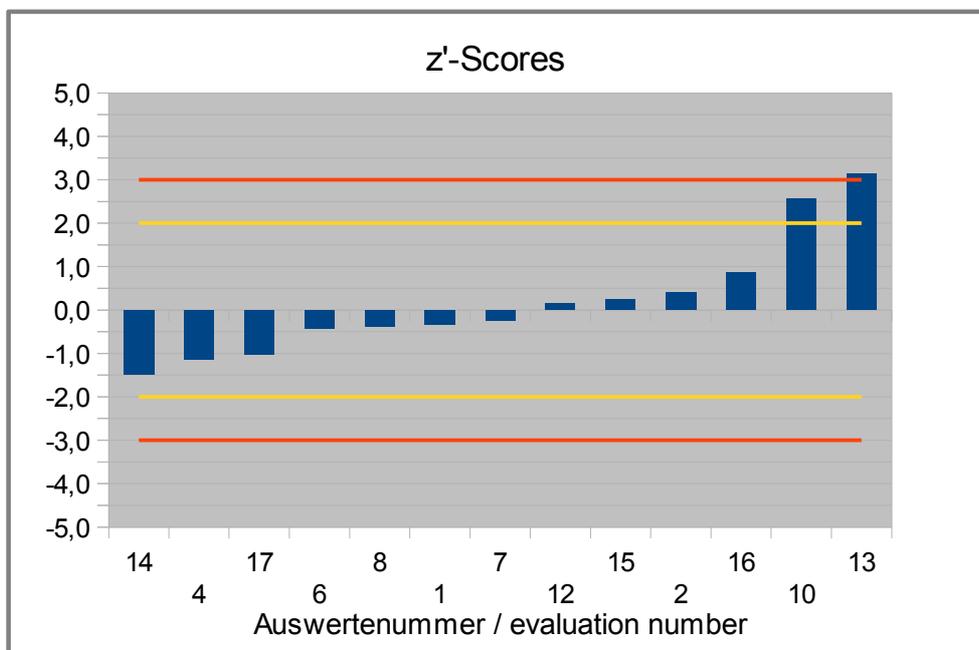


Abb. / Fig. 26: z'-Scores Benzo[k]fluoranth(en)e / Benzo[k]fluoranth(en)e

4.14 Benzo[e]pyren(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	3,58
Median	3,55
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	3,56
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,916
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,556
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,470
Untere Grenze des Zielbereichs	2,45
Obere Grenze des Zielbereichs	4,67
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,6
Standardunsicherheit $U(\bar{x}_{pt})$	0,296
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

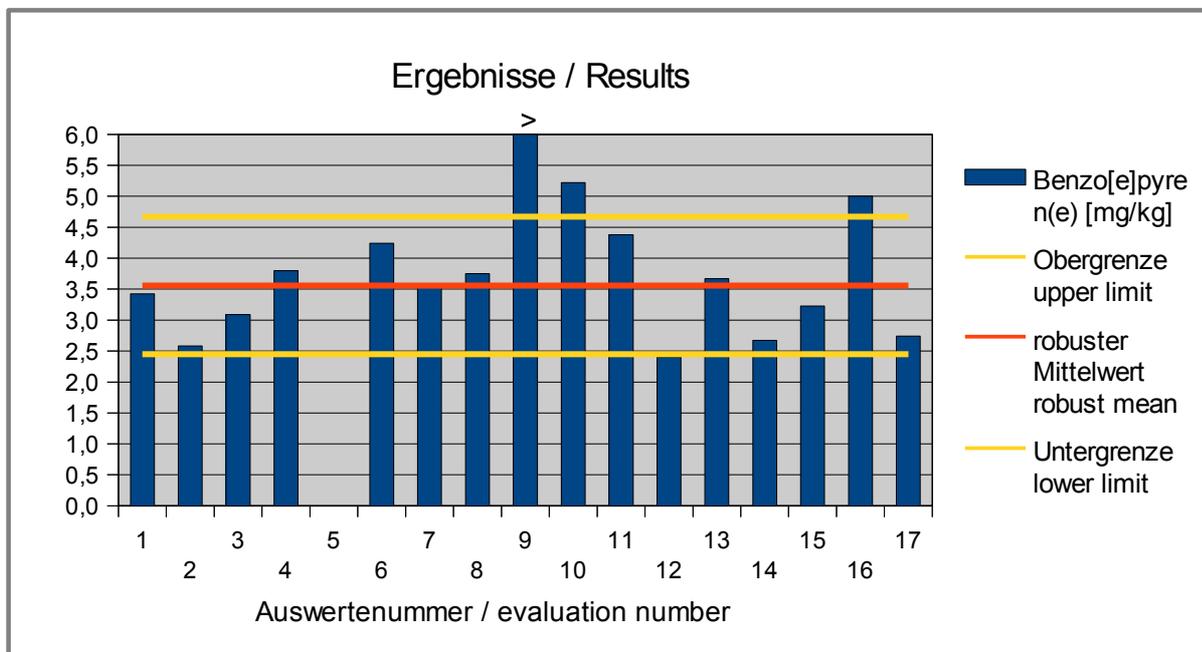


Abb. / Fig. 27: Ergebnisse Benzo[e]pyren / Results Benzo[e]pyrene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[e]pyren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,43	-0,133	-0,24	-0,3	
2	2,58	-0,979	-1,8	-2,08	
3	3,09	-0,469	-0,8	-1,0	
4	3,80	0,241	0,43	0,5	
5	< 0,2				
6	4,24	0,681	1,2	1,45	
7	3,55	-0,009	0,0	0,0	
8	3,75	0,191	0,34	0,4	
9	26,2				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	5,22	1,661	3,0	3,5	
11	4,38	0,821	1,5	1,7	
12	2,40	-1,159	-2,1	-2,5	
13	3,67	0,111	0,2	0,2	
14	2,67	-0,889	-1,6	-1,9	
15	3,23	-0,331	-0,60	-0,70	
16	5,00	1,441	2,6	3,1	
17	2,74	-0,819	-1,5	-1,7	

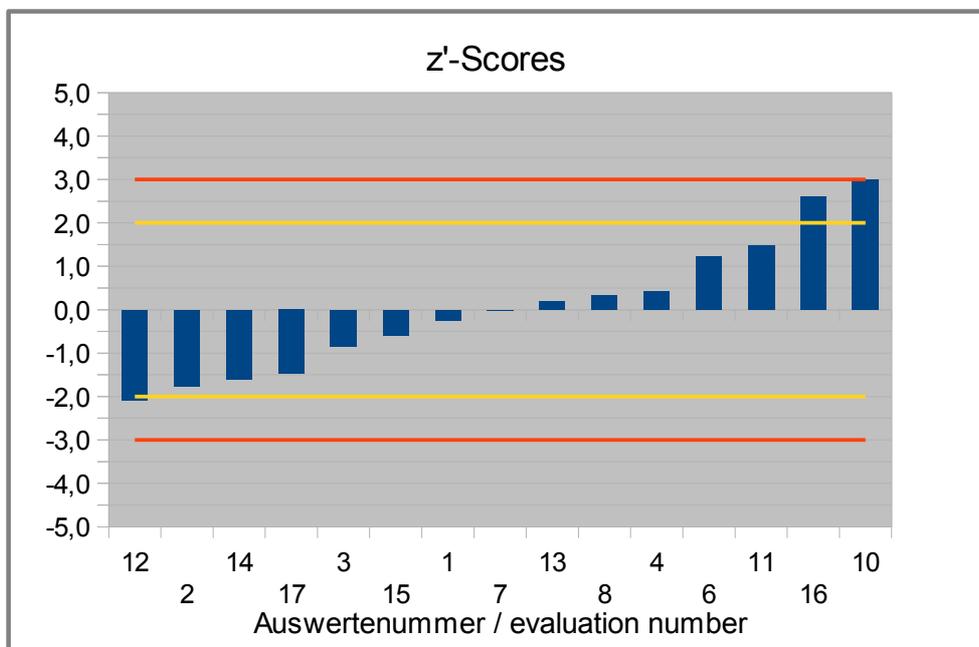


Abb. / Fig. 28: z'-Scores Benzo[e]pyren / Benzo[e]pyrene

4.15 Benzo[a]pyren(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	3,84
Median	3,59
Robuster Mittelwert (x_{pt})	3,73
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,710
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,541
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,490
Untere Grenze des Zielbereichs	2,65
Obere Grenze des Zielbereichs	4,81
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,3
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,229
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	93%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

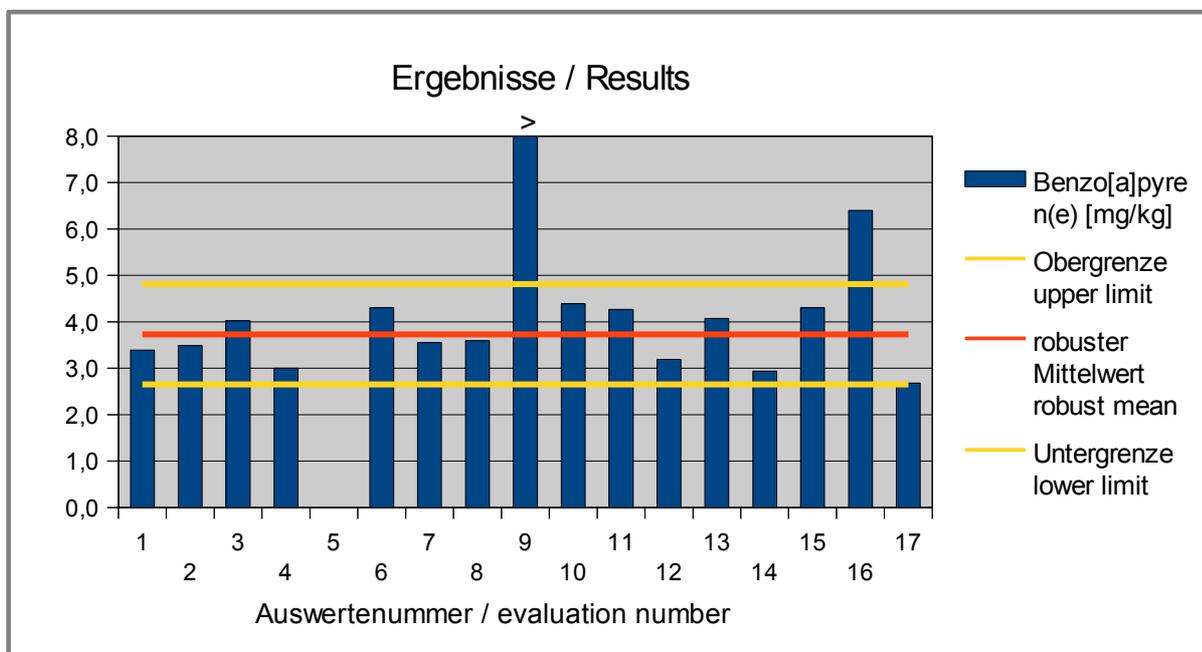


Abb. / Fig. 29: Ergebnisse Benzo[a]pyren / Results Benzo[a]pyrene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[a]pyren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,39	-0,341	-0,63	-0,7	
2	3,49	-0,242	-0,4	-0,49	
3	4,02	0,288	0,5	0,6	
4	3,00	-0,732	-1,35	-1,5	
5	< 0,2				
6	4,30	0,568	1,1	1,16	
7	3,55	-0,182	-0,3	-0,4	
8	3,59	-0,142	-0,26	-0,3	
9	38,7				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	4,39	0,658	1,2	1,3	
11	4,27	0,538	1,0	1,1	
12	3,19	-0,542	-1,0	-1,1	
13	4,07	0,338	0,6	0,7	
14	2,94	-0,792	-1,5	-1,6	
15	4,30	0,570	1,05	1,16	
16	6,40	2,668	4,9	5,4	
17	2,68	-1,052	-1,9	-2,1	

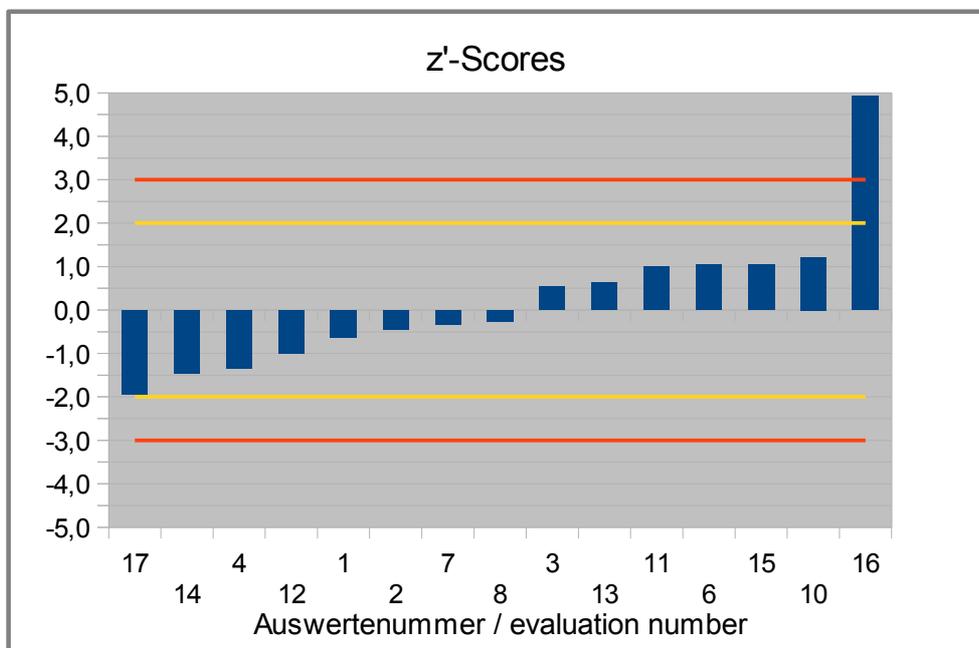


Abb. / Fig. 30: Z'-Scores Benzo[a]pyren / Benzo[a]pyrene

4.16 Indeno[1,2,3-cd]pyrene in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,874
Median	0,850
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,872
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,338
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,179
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,142
Untere Grenze des Zielbereichs	0,513
Obere Grenze des Zielbereichs	1,23
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,1090
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

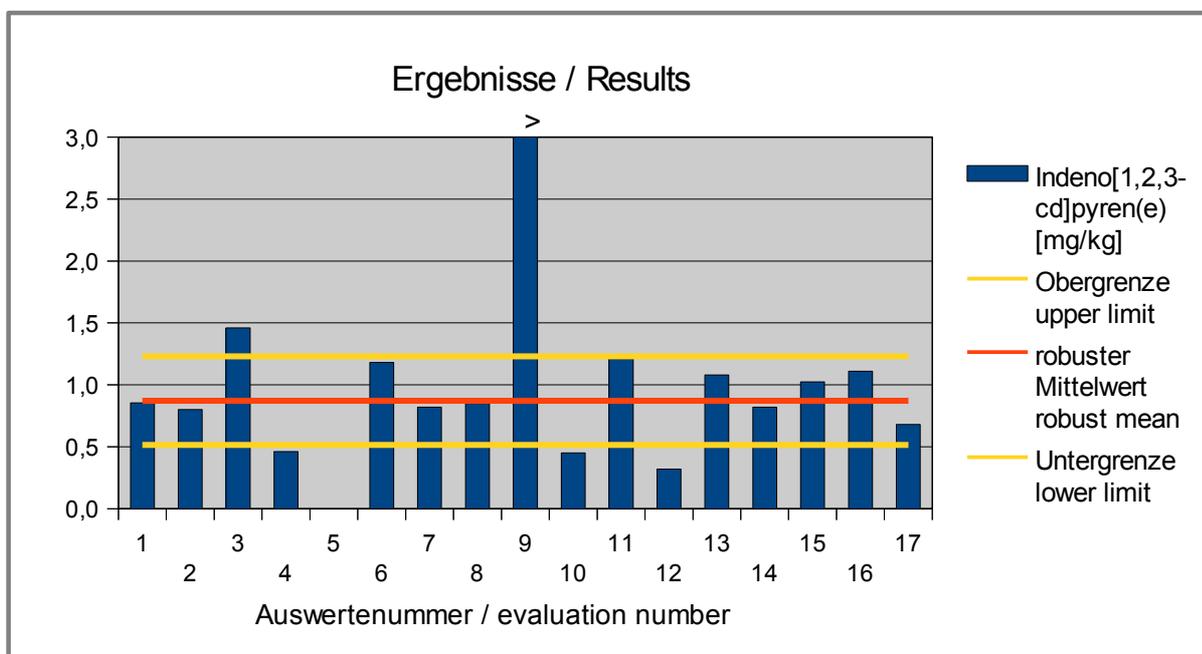


Abb. / Fig. 31: Ergebnisse Indeno[1,2,3-cd]pyren / Results Indeno[1,2,3-cd]pyrene

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Indeno[1,2,3-cd]pyren(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,854	-0,018	-0,10	-0,1	
2	0,800	-0,072	-0,40	-0,51	
3	1,460	0,588	3,3	4,1	
4	0,460	-0,412	-2,3	-2,9	
5	< 0,2				
6	1,180	0,308	1,7	2,16	
7	0,820	-0,052	-0,29	-0,4	
8	0,850	-0,022	-0,12	-0,2	
9	5,10				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	0,450	-0,422	-2,4	-3,0	
11	1,210	0,338	1,9	2,4	
12	0,320	-0,552	-3,1	-3,9	
13	1,080	0,208	1,2	1,5	
14	0,820	-0,052	-0,29	-0,4	
15	1,023	0,151	0,84	1,06	
16	1,110	0,238	1,3	1,7	
17	0,680	-0,192	-1,1	-1,3	

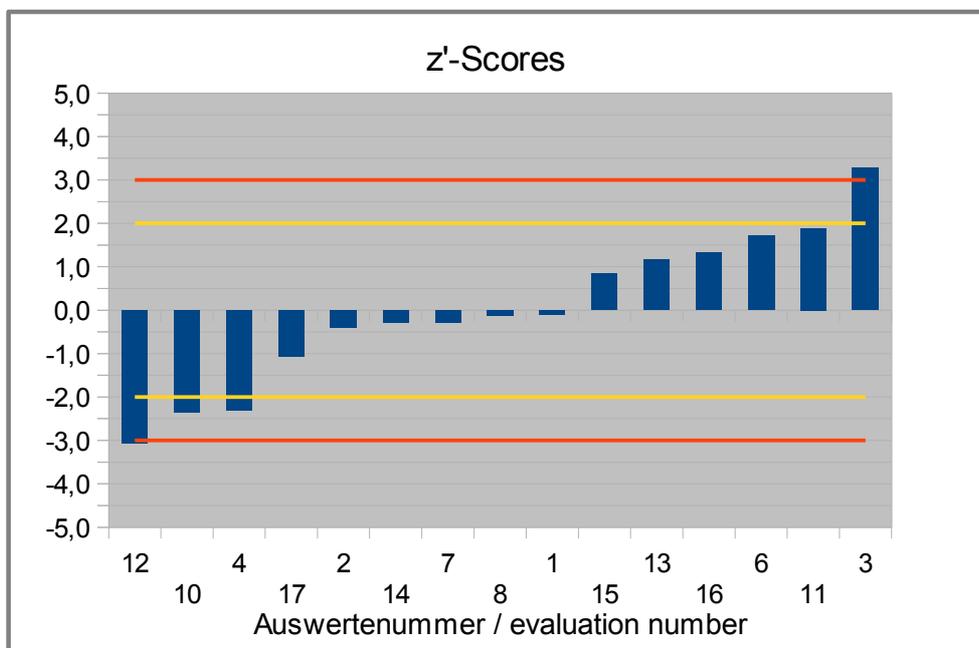


Abb. / Fig. 32: z'-Scores Indeno[1,2,3-cd]pyren / Indeno[1,2,3-cd]pyrene

4.17 Dibenzo[ah]anthracen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse ^o	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,580
Median	0,540
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,554
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,246
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,125
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,097
Untere Grenze des Zielbereichs	0,303
Obere Grenze des Zielbereichs	0,804
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0794
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

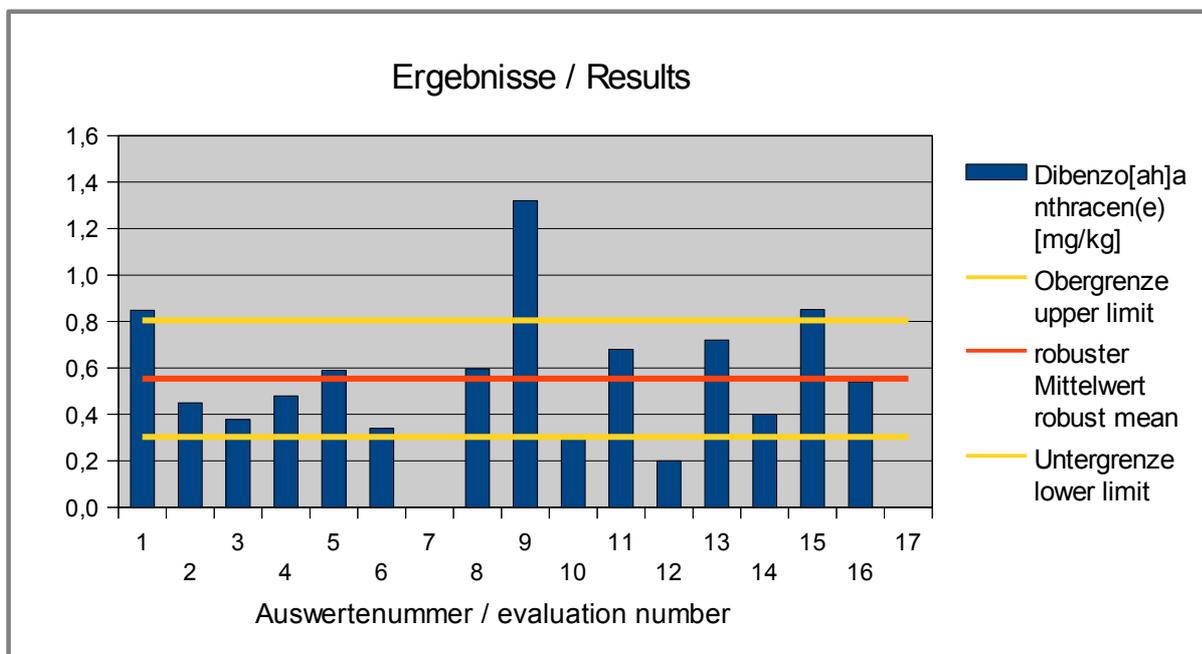


Abb. / Fig. 33: Ergebnisse Dibenzo[ah]anthracen / Results Dibenzo[ah]anthracene

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

Auswertenummer	Dibenzo[ah]-anthracen(e) [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	0,848	0,294	2,3	3,0	
2	0,450	-0,104	-0,8	-1,07	
3	0,378	-0,176	-1,4	-1,8	
4	0,480	-0,074	-0,59	-0,8	
5	0,590	0,036	0,3	0,4	
6	0,340	-0,214	-1,7	-2,21	
7	< 0,2				
8	0,596	0,042	0,34	0,4	
9	1,32	0,766	6	8	
10	0,310	-0,244	-1,9	-2,5	
11	0,680	0,126	1,0	1,3	
12	0,200	-0,354	-2,8	-3,7	
13	0,720	0,166	1,3	1,7	
14	0,400	-0,154	-1,2	-1,6	
15	0,852	0,298	2,38	3,08	
16	0,540	-0,014	-0,1	-0,1	
17					

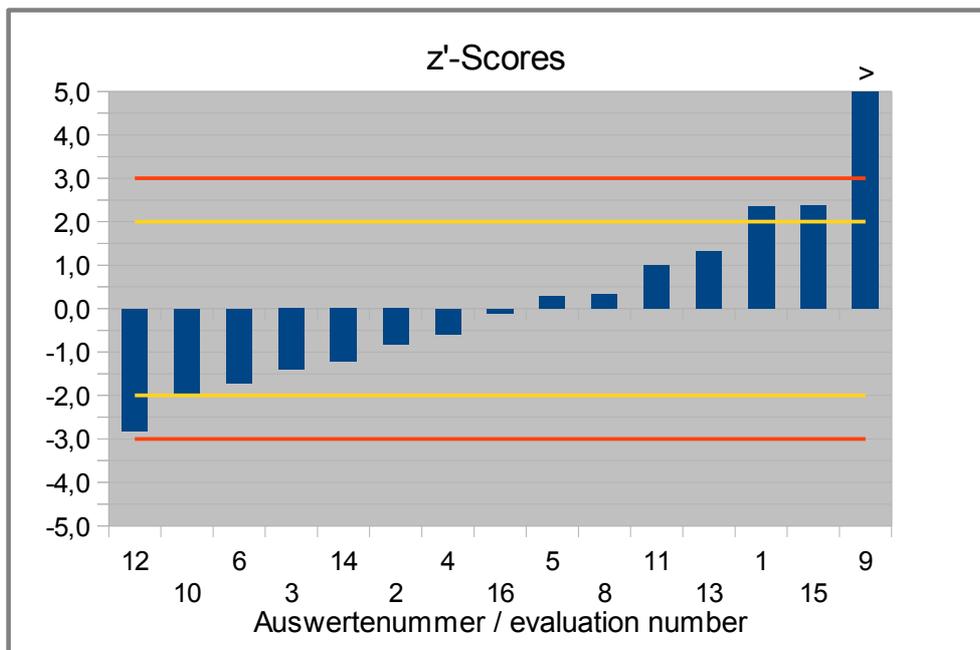


Abb. / Fig. 34: z'-Scores Dibenzo[ah]anthracen / Dibenzo[ah]anthracene

4.18 Benzo[ghi]perylen(e) in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	1,31
Median	1,31
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,30
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,365
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,232
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,200
Untere Grenze des Zielbereichs	0,838
Obere Grenze des Zielbereichs	1,77
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,118
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnis Nr. 9)

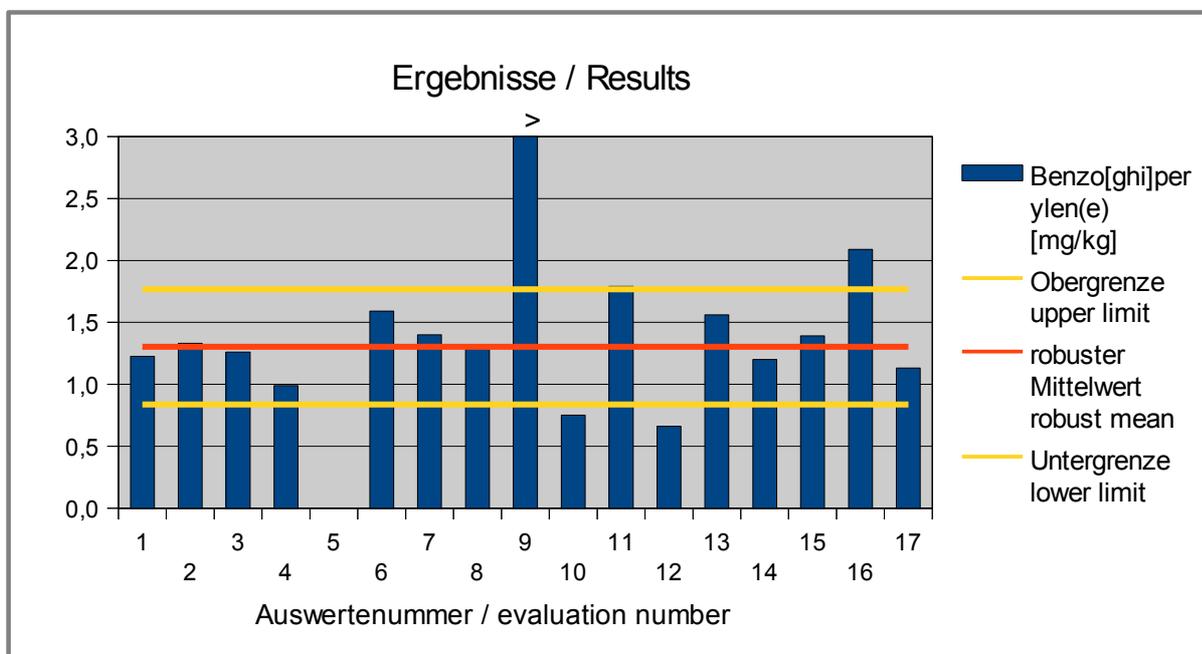


Abb. / Fig. 35: Ergebnisse Benzo[ghi]perylen / Results Benzo[ghi]perylene

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

Auswertenummer Evaluation number	Benzo[ghi]perylene [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,22	-0,078	-0,33	-0,4	
2	1,33	0,028	0,12	0,14	
3	1,26	-0,042	-0,2	-0,2	
4	0,990	-0,312	-1,3	-1,6	
5	< 0,2				
6	1,590	0,288	1,2	1,44	
7	1,40	0,098	0,42	0,5	
8	1,31	0,008	0,03	0,0	
9	11,3				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	0,750	-0,552	-2,4	-2,8	
11	1,79	0,488	2,1	2,4	
12	0,660	-0,642	-2,8	-3,2	
13	1,56	0,258	1,1	1,3	
14	1,20	-0,102	-0,44	-0,5	
15	1,39	0,088	0,38	0,44	
16	2,09	0,788	3,4	3,9	
17	1,13	-0,172	-0,7	-0,9	

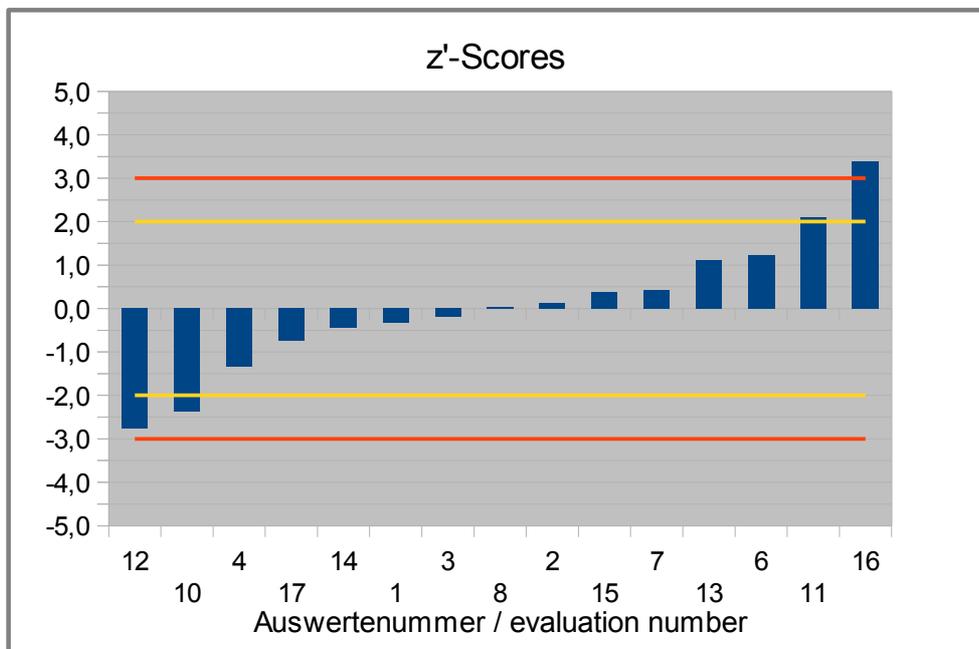
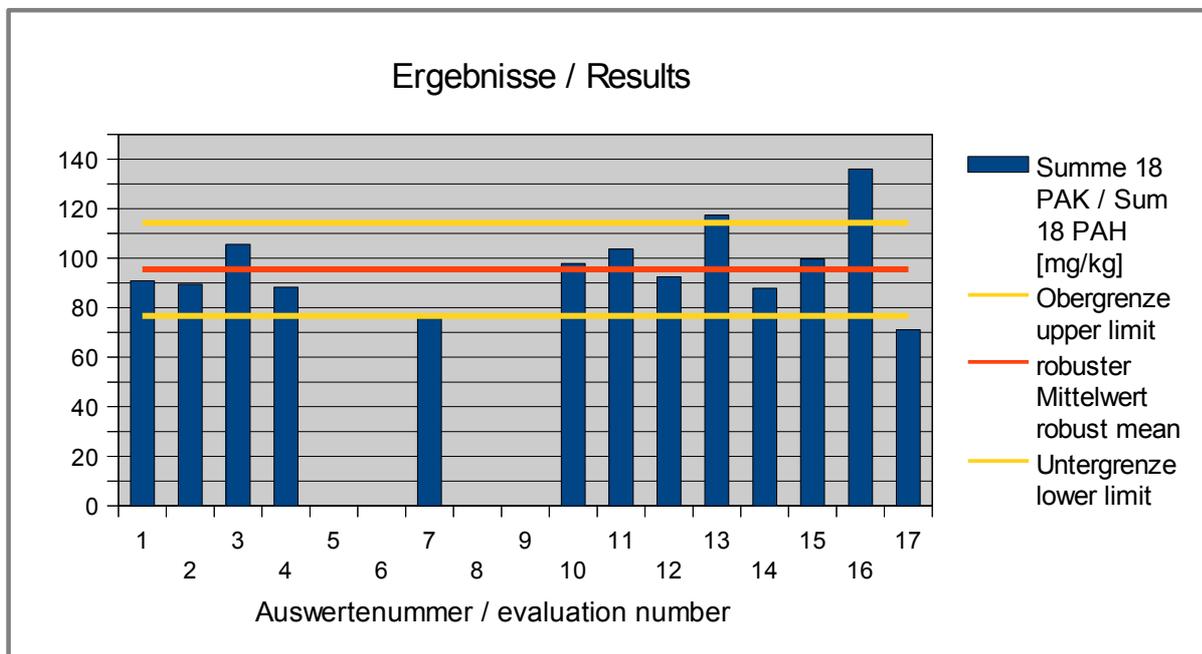


Abb. / Fig. 36: z'-Scores Benzo[ghi]perylene / Benzo[ghi]perylene

4.19 Summe 18 PAK / Sum 18 PAH in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	96,7
Median	92,5
Robuster Mittelwert (X_{pt})	95,5
Robuste Standardabweichung (S^*)	15,7
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	9,42
Zielstandardabweichung (zur Information)	7,69
Untere Grenze des Zielbereichs	76,6
Obere Grenze des Zielbereichs	114
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,7
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	5,44
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

**Abb. / Fig. 37:** Ergebnisse Summe 18 PAK / Results Sum 18 PAH

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Summe 18 PAK / Sum 18 PAH [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	90,9	-4,6	-0,49	-0,6	
2	89,5	-6,0	-0,64	-0,78	
3	106	10,1	1,1	1,3	
4	88,3	-7,2	-0,77	-0,94	
5					
6					
7	77,1	-18,4	-1,96	-2,4	
8					
9					
10	97,9	2,4	0,26	0,31	
11	104	8,2	0,87	1,1	
12	92,5	-3,0	-0,32	-0,39	
13	117	22,0	2,3	2,9	
14	87,9	-7,6	-0,81	-1,0	
15	99,7	4,2	0,44	0,54	
16	136	40,5	4,3	5,3	
17	71,0	-24,5	-2,6	-3,2	

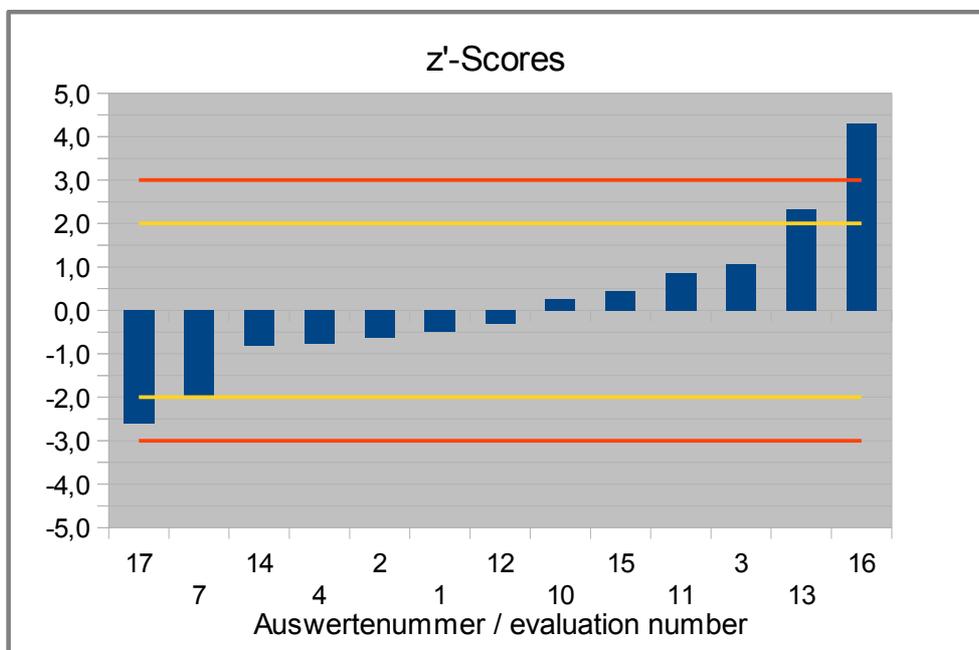


Abb. / Fig. 38: z'-Scores Summe 18 PAK / Sum 18 PAH

4.20 Summe 7 PAK / Sum 7 PAH in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Summe: Acenapthylen, Acenaphten, Fluoren, Phenanthren, Pyren, Anthracen, Fluoranthen

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	14
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	61,5
Median	62,8
Robuster Mittelwert (X_{pt})	61,9
Robuste Standardabweichung (S^*)	12,0
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	6,67
Zielstandardabweichung (zur Information)	5,32
Untere Grenze des Zielbereichs	48,5
Obere Grenze des Zielbereichs	75,2
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	4,02
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	71%

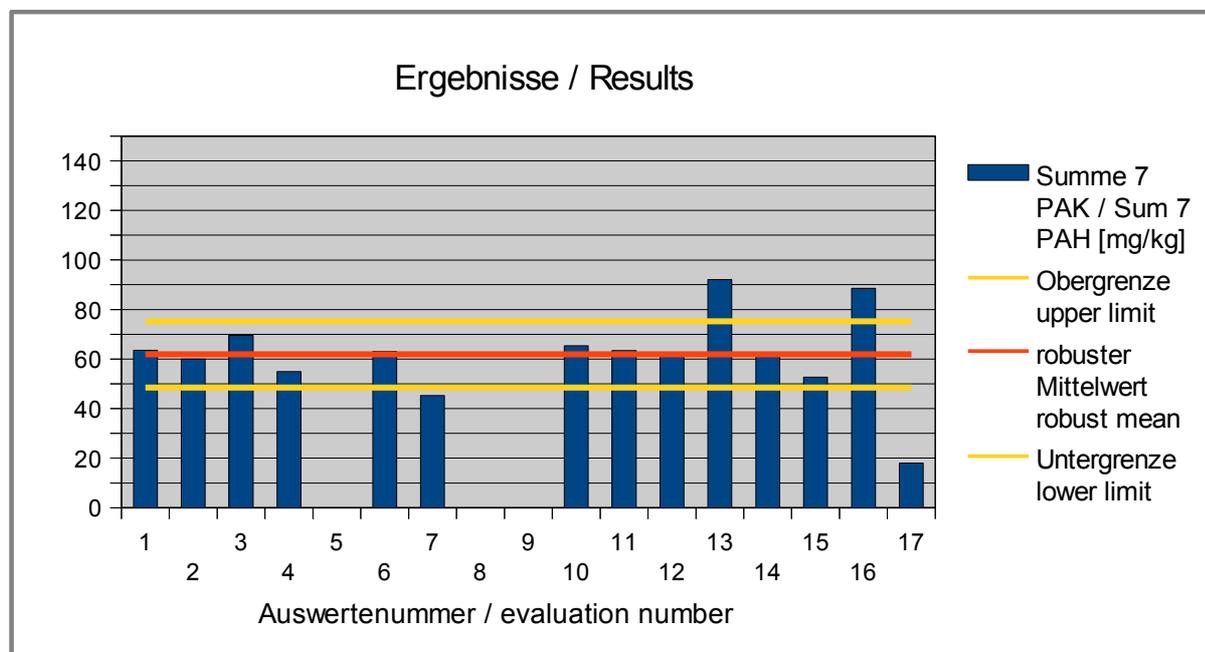


Abb. / Fig. 39: Ergebnisse Summe 7 PAK / Results Sum 7 PAH

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Summe 7 PAK / Sum 7 PAH [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	63,5	1,6	0,24	0,3	
2	60,0	-1,8	-0,27	-0,34	
3	69,5	7,6	1,1	1,4	
4	54,9	-6,9	-1,0	-1,3	
5					
6	63,1	1,2	0,2	0,23	
7	45,3	-16,6	-2,5	-3,1	
8					
9					
10	65,3	3,4	0,52	0,6	
11	63,4	1,5	0,23	0,3	
12	62,2	0,3	0,05	0,1	
13	92,1	30,3	4,5	5,7	
14	62,5	0,6	0,10	0,1	
15	52,7	-9,1	-1,37	-1,72	
16	88,6	26,7	4,0	5,0	
17	18,0	-43,8	-6,6	-8,2	

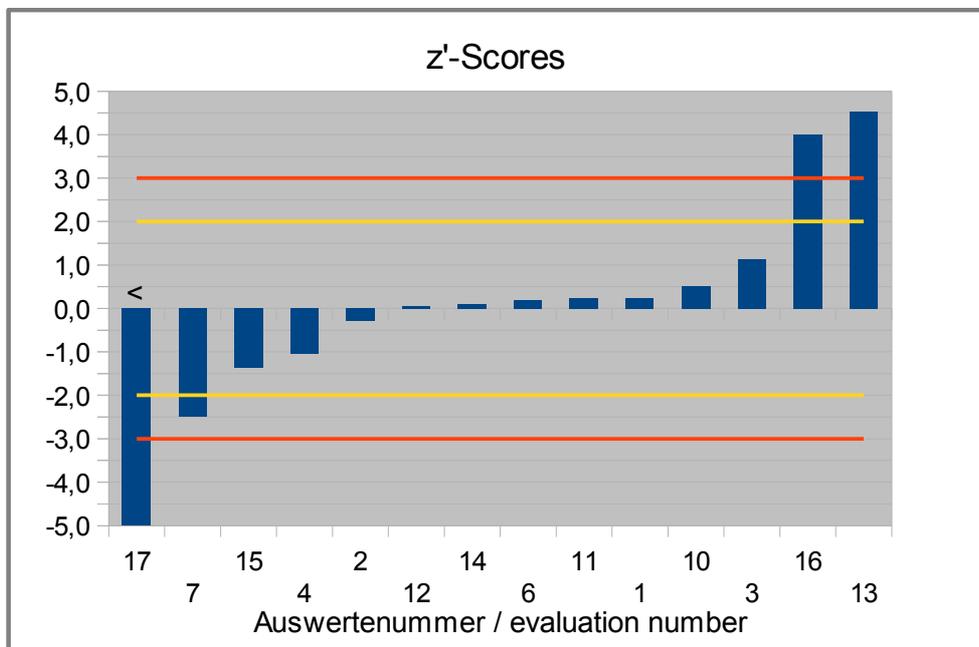


Abb. / Fig. 40: z'-Scores Summe 7 PAK / Sum 7 PAH

5. Dokumentation

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

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
Naphthalin / Naphthalene	1	mg/kg	0,242	0,2	ja / nein nein	in %	AfPS GS 2014:01 PAK
	2	mg/kg	<0,2	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	3	mg/kg	0,16	0,1			AfPS GS 2014:01 PAK
	4	mg/kg	<0,2	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	0,22	0,2	nein		AfPS GS PAK
	6	mg/kg	nd	0,002	nein	-	Hausmethode (AM-067:2015)
	7	mg/kg	< 0,20		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					andere Messtechnik (GC_MS/MS und andere interne Standards)
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	0,4	0,2	ja		AfPS GS 2014:01
	11	mg/kg	< 0,1	0,1	nein		AfPS
	12	mg/kg	0,057	0,025	nein	100	AfPS GS 2014:01 PAK
	13	mg/kg	<0,2	<0,2	nein		AfPS
	14	mg/kg	<0,2	<0,2			AfPS GS 2014
	15	mg/kg	0,0904	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	0,19	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	0,14	<0,1	nein		AfPS GS 2014:01 PAK

* Bei Verwendung derselben Methode waren Hinweise zur Methode nur in der ersten Zeile bei Naphthalin anzugeben.

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
Acenaphthylen(e)	1	mg/kg	0,121	0,2	nein		
	2	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	3	mg/kg	<0,1	0,1			
	4	mg/kg	<0,2	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	0,053	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	< 0,20		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	<0,2	0,2	ja		
	11	mg/kg	< 0,1	0,1	nein		
	12	mg/kg	0,061	0,03	nein	100	
	13	mg/kg	<0,2	<0,2	nein		Spezifikation gemäß §21 Abs. 1
	14	mg/kg	<0,2	<0,2			
	15	mg/kg	0,0504	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	0,13	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	<0.1	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
Acenaphthen(e)	1	mg/kg	0,370	0,2	nein		
	2	mg/kg	0,23	0,2	nein		
	3	mg/kg	3,45	0,1			
	4	mg/kg	0,35	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	0,287	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	0,25		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	<0,2	0,2	ja		
	11	mg/kg	0,38	0,1	nein		
	12	mg/kg	0,385	0,02	nein	100	
	13	mg/kg	0,42	<0,2	nein		Nr.3 ProdSG
	14	mg/kg	0,47	<0,2			
	15	mg/kg	0,3752	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	0,75	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	0,31	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Fluoren(e)	1	mg/kg	4,164	0,2	nein		
	2	mg/kg	3,73	0,2	nein		
	3	mg/kg	2,67	0,1			
	4	mg/kg	3,4	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	0,72	0,2	nein		
	6	mg/kg	3,16	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	2,59		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	1,75	0,2	ja		
	11	mg/kg	3,04	0,1	nein		
	12	mg/kg	3,42	0,01	nein	100	
	13	mg/kg	3,53	<0,2	nein		Stand: 4.8.2014
	14	mg/kg	3,48	<0,2			
	15	mg/kg	3,641	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	4,6	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	2,99	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Phenanthren(e)	1	mg/kg	25,815	0,2	nein		
	2	mg/kg	24,01	0,2	nein		
	3	mg/kg	31,55	0,1			
	4	mg/kg	22	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	4,57	0,2	nein		
	6	mg/kg	26,7	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	17,96		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	23,22	0,2	ja		
	11	mg/kg	27,38	0,1	nein		
	12	mg/kg	25	0,05	nein	100	
	13	mg/kg	31,81	<0,2	nein		
	14	mg/kg	27,7	<0,2			
	15	mg/kg	27,174	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	37	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	22,36	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Anthracen(e)	1	mg/kg	9,010	0,2	nein		
	2	mg/kg	9,16	0,2	nein		
	3	mg/kg	7,68	0,1			
	4	mg/kg	7,2	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	2,08	0,2	nein		
	6	mg/kg	8,60	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	5,24		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	13,28	0,2	ja		
	11	mg/kg	8,45	0,1	nein		
	12	mg/kg	11,05	0,16	nein	100	
	13	mg/kg	10,8	<0,2	nein		
	14	mg/kg	7,65	<0,2			
	15	mg/kg	8,235	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	13	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	7,44	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Fluoranth(en)	1	mg/kg	13,178	0,2	nein		
	2	mg/kg	12,16	0,2	nein		
	3	mg/kg	12,21	0,1			
	4	mg/kg	12	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	2,16	0,2	nein		
	6	mg/kg	12,7	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	10,28		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	14,6	0,2	ja		
	11	mg/kg	12,9	0,1	nein		
	12	mg/kg	11,9	0,04	nein	100	
	13	mg/kg	16,6	<0,2	nein		
	14	mg/kg	12,7	<0,2			
	15	mg/kg	13,252	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	17,8	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	9,56	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Pyren(e)	1	mg/kg	10,826	0,2	nein		
	2	mg/kg	10,74	0,2	nein		
	3	mg/kg	11,93	0,1			
	4	mg/kg	10	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	1,75	0,2	nein		
	6	mg/kg	11,6	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	8,93		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	12,46	0,2	ja		
	11	mg/kg	11,28	0,1	nein		
	12	mg/kg	10,4	0,05	nein	100	
	13	mg/kg	13,78	<0,2	nein		
	14	mg/kg	10,5	<0,2			
	15	mg/kg	11,796	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	15,2	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	9,07	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Chrysen(e)	1	mg/kg	7,565	0,2	nein		
	2	mg/kg	8,8	0,2	nein		
	3	mg/kg	12,23	0,1			
	4	mg/kg	12	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	0,5	0,2	nein		
	6	mg/kg	11,5	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	9,8		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	8,25	0,003	ja	90	
	9	mg/kg	100,1	0,03	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	10	mg/kg	8,36	0,2	ja		
	11	mg/kg	13,36	0,1	nein		
	12	mg/kg	10,1	0,09	nein	100	
	13	mg/kg	15,19	<0,2	nein		
	14	mg/kg	8,02	<0,2			
	15	mg/kg	12,205	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	16,2	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	5,18	<0.1	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[a]anthracen(e)	1	mg/kg	6,690	0,2	nein		
	2	mg/kg	8,77	0,2	nein		
	3	mg/kg	7,14	0,1			
	4	mg/kg	10	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	0,43	0,2	nein		
	6	mg/kg	8,47	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	9,8		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	6,42	0,003	ja	89	
	9	mg/kg	58,9	0,077	nein		
	10	mg/kg	7,92	0,2	ja		
	11	mg/kg	10,56	0,1	nein		
	12	mg/kg	9,94	0,13	nein	100	
	13	mg/kg	10,91	<0,2	nein		
	14	mg/kg	6,59	<0,2			
	15	mg/kg	7,92	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	11,3	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	6,05	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[b]fluoranthen(e)	1	mg/kg	1,988	0,2	nein		
	2	mg/kg	1,92	0,2	nein		
	3	mg/kg	0,74	0,1			
	4	mg/kg	1,8	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	3,33	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	0,81		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	2,29	0,003	ja	79	
	9	mg/kg	17,9	0,1	nein		
	10	mg/kg	2,58	0,2	ja		
	11	mg/kg	3,95	0,3	nein		
	12	mg/kg	1,76	0,15	nein	100	
	13	mg/kg	1,97	<0,2	nein		
	14	mg/kg	1,6	<0,2			
	15	mg/kg	2,447	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	2,62	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg					

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[<i>jj</i>]fluoranth(en)e	1	mg/kg	0,730	0,2	nein		
	2	mg/kg	0,6	0,2	nein		
	3	mg/kg	0,47	0,1			
	4	mg/kg	1	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg			nein	-	nicht getestet
	7	mg/kg	0,81		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	0,75	0,003	ja	80	
	9	mg/kg	8,96	0,14	nein		
	10	mg/kg	1,32	0,2	ja		
	11	mg/kg					
	12	mg/kg	0,82	0,15	nein	100	
	13	mg/kg	<0,2	<0,2	nein		
	14	mg/kg	0,53	<0,2			
	15	mg/kg	0,774	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	0,94	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg					

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[<i>k</i>]fluoranth(en)e	1	mg/kg	0,816	0,2	nein		
	2	mg/kg	0,93	0,2	nein		
	3	mg/kg	3,25	0,1			
	4	mg/kg	0,69	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	0,803	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	0,83		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	0,81	0,003	ja	80	
	9	mg/kg	6,65	0,22	nein		
	10	mg/kg	1,26	0,2	ja		
	11	mg/kg					
	12	mg/kg	0,89	0,15	nein	100	
	13	mg/kg	1,35	<0,2	nein		
	14	mg/kg	0,64	<0,2			
	15	mg/kg	0,904	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	1	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	0,71	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[e]pyren(e)	1	mg/kg	3,426	0,2	nein		
	2	mg/kg	2,58	0,2	nein		
	3	mg/kg	3,09	0,1			
	4	mg/kg	3,8	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	4,24	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	3,55		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	3,75	0,003	ja	95	
	9	mg/kg	26,2		nein		
	10	mg/kg	5,22	0,2	ja		
	11	mg/kg	4,38	0,1	nein		
	12	mg/kg	2,4	0,1	nein	100	
	13	mg/kg	3,67	<0,2	nein		
	14	mg/kg	2,67	<0,2			
	15	mg/kg	3,228	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	5	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	2,74	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Benzo[a]pyren(e)	1	mg/kg	3,391	0,2	nein		
	2	mg/kg	3,49	0,2	nein		
	3	mg/kg	4,02	0,1			
	4	mg/kg	3	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	4,30	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	3,55		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	3,59	0,003	ja	95	
	9	mg/kg	38,7	0,15	nein		
	10	mg/kg	4,39	0,2	ja		
	11	mg/kg	4,27	0,1	nein		
	12	mg/kg	3,19	0,07	nein	100	
	13	mg/kg	4,07	<0,2	nein		
	14	mg/kg	2,94	<0,2			
	15	mg/kg	4,302	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	6,4	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	2,68	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Dibenzo[ah]anthracen(e)	1	mg/kg	0,848	0,002	no	-	
	2	mg/kg	0,45		no		AfPS GS 2014:01 PAK
	3	mg/kg	0,378	0,2	nein		
	4	mg/kg	0,48	0,2	nein		
	5	mg/kg	0,59	0,1			
	6	mg/kg	0,34	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	7	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	8	mg/kg	0,596	0,003	ja	75	
	9	mg/kg	1,32	0,17	nein		
	10	mg/kg	0,31	0,2	ja		
	11	mg/kg	0,68	0,1	nein		
	12	mg/kg	0,2	0,14	nein	100	
	13	mg/kg	0,72	<0,2	nein		
	14	mg/kg	0,4	<0,2			
	15	mg/kg	0,8518	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	0,54	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg					

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Indeno[1,2,3-cd]pyren(e)	1	mg/kg	0,854	0,2	nein		
	2	mg/kg	0,8	0,2	nein		
	3	mg/kg	1,46	0,1			
	4	mg/kg	0,46	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	1,18	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	0,82		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	0,85	0,003	ja	78	
	9	mg/kg	5,103	0,39	nein		
	10	mg/kg	0,45	0,2	ja		
	11	mg/kg	1,21	0,1	nein		
	12	mg/kg	0,32	0,15	nein	100	
	13	mg/kg	1,08	<0,2	nein		
	14	mg/kg	0,82	<0,2			
	15	mg/kg	1,023	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	1,11	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	0,68	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
Benzo[ghi]perylen(e)	1	mg/kg	1,225	0,2	nein		
	2	mg/kg	1,33	0,2	nein		
	3	mg/kg	1,26	0,1			
	4	mg/kg	0,99	0,2	nein	nein	GC-MS/MS nach Extraktion (AfPS)
	5	mg/kg	<0,2	0,2	nein		
	6	mg/kg	1,59	0,002	nein	-	
	7	mg/kg	1,4		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg	1,31	0,003	ja	75	
	9	mg/kg	11,3	0,29	nein		
	10	mg/kg	0,75	0,2	ja		
	11	mg/kg	1,79	0,1	nein		
	12	mg/kg	0,66	0,15	nein	100	
	13	mg/kg	1,56	<0,2	nein		
	14	mg/kg	1,2	<0,2			
	15	mg/kg	1,39	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	2,09	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	1,13	<0,2	nein		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
Summe 18 PAK / Sum 18 PAH	1	mg/kg	90,897	0,2	nein		
	2	mg/kg	89,5				
	3	mg/kg	105,6				
	4	mg/kg	88,26				
	5	mg/kg					
	6	mg/kg				-	nicht geprüft
	7	mg/kg	77,07		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	97,9		ja		
	11	mg/kg	103,7		nein		
	12	mg/kg	92,5				
	13	mg/kg	117,46				
	14	mg/kg	87,9	<0,2			
	15	mg/kg	99,658		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	16	mg/kg	136	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	71,04				

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Ergebnis Batch 2	BG / LOQ	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur *
					ja / nein	in %	
Summe 7 PAK / Sum 7 PAH (Acenaphylen(e), Acenaphten(e), Fluoren(e), Phenanathren(e), Pyren(e), Anthracen(e), Fluoranthen(e))	1	mg/kg	63,484	0,2	nein		
	2	mg/kg	60,03				
	3	mg/kg	69,5				
	4	mg/kg	54,94				
	5	mg/kg					
	6	mg/kg	63,1	-	-	-	
	7	mg/kg	45,25		nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	8	mg/kg					
	9	mg/kg					
	10	mg/kg	65,3		ja		
	11	mg/kg	63,4		nein		
	12	mg/kg	62,2				
	13	mg/kg	92,13				
	14	mg/kg	62,5	<0,2			
	15	mg/kg	52,73				
	16	mg/kg	88,6	0,2	nein		AfPS GS 2014:01 PAK
	17	mg/kg	18,04				

* Bei Verwendung derselben Methode waren Hinweise zur Methode nur in der ersten Zeile bei Naphthalin anzugeben.

5.1.2 Analytische Methoden

* Bei Verwendung derselben Methode waren Hinweise zur Methode nur in der ersten Zeile bei Naphthalin anzugeben. Spezifische Angaben für bestimmte Parameter sind auf den darauffolgenden Seiten angegeben.

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
					ja / nein	ja / nein		
Naphthalin / Naphthalene	1					ja		
	2	Extraktion mit Toluol	GC-MSMS	0,0025 µg/ml bis 0,1 µg/ml; AccuStandard: H-QME-01			Probe I und II sehr inhomogen!; starke Streuung mehrerer Aufarbeitungen! Daher nur Ergebnisabgabe von Batch 2	
	3	Toluol-Extrakt	GC/MS			ja	Auffälligkeiten im Extrakt (Inhomogenität)	
	4		GC-MS/MS	ZCS	nein	ja		
	5					ja		
	6	extraction with toluene	GC-MS	-	-	yes	nd-not detected	
	7	AfPS GS 2014:01 PAK	GC-MS			no		
	8	Zusatzprobe wurde auf Anraten der DLA komplett genommen. 3,1 g in 20 ml Toluol gelöst; 1:20 Verdünnt; 0,3 ml wurden zur Analyse eingesetzt.				wurde über die 13C markierten internen Standards direkt in der Probe bestimmt!	siehe Anhang der mail !	
	9							
	10	gesamte Probenmenge extrahiert und zur Messung z.T. Verdünnt	Berechnung über Interne Standards		Referenzmaterial: DLA 73/2016		Ja	
	11						ja	
	12	Homogenisierung durch Schütteln, keine Aufreinigung	GC/MS-SIM		ext. 7-Pkt.-Kalibrierung mit WF-Korrektur über 3 interne deuterierte Standards, Referenzmaterial: 16 EPA-PAK + Benzo[e]pyren + Benzo[j]fluoranthren	nein	nein	Aufgrund der hohen Abweichungen zwischen Probenaliquoten wurden letztlich die kompletten Proben untersucht (Batch 2: Extraktion der Gesamtprobe)

Fortsetzung nächste Seite

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
					ja / nein	ja / nein	
Naphthalin / Naphthalene	13	Abweichung: Nach Vorgabe des DLA wurde statt 0,5 g Probe die gesamte Probenmenge von 3,1533 g mit 20 ml Toluol versetzt. Anschließend wurde 1 h bei 60 °C im Ultraschallbad extrahiert. Verdünnung wurde in 10 ml Messkolben und 0,125 ml IS-Lösung verdünnt: 1:5; 1:10 und 1:50	GC MS	Std von Ehrenstorfer	Nein, da nicht genügend Probenmaterial von Batch 2 vorhanden war; Probe 69 und Probe 11 waren zu inhomogen. Wiederfindung konnte nicht ausgewertet werden.	ja	
	14	AfPS GS 2014	GC-MS/MS			Ja	
	15	LM Toluol, UB	GC/MS		nein	ja	
	16	Allgemein: Einwaage 0,5g, Extraktion mit 20ml Toluol		7 Punkt-Kalibrierung		ja	Allgemein: Die Ergebnisse des Batches 2 betragen im Durchschnitt lediglich die Hälfte der ersten Messungen. Beim Batch 2 wurde die Probe analog zu den ersten beiden extrahiert. 5 Tage später wurden von Ihnen Hinweise zur Extraktion versandt, die wir leider nicht mehr umsetzen konnten da unsere Analyse schon durchgeführt worden war. Es wäre gut gewesen, diesen Hinweis gleichzeitig mit der Ankündigung des zweiten Batches zu erhalten.
	17	Mit SPE		IS: Naphthalin-d8	nein	nein	

Spezifische Angaben der Teilnehmer für bestimmte Parameter

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
	8		GC-MS/MS		ja / nein	ja / nein	
Chrysen bis Benzopyrylen	9	Kieselgel-Aufreinigung	ZB-35, GC-MSMS	0.05 - 2 mg/kg (bei 0.5 g Einwaage); PAH Mix EU 15+1 plus Benzo[e]pyren	ja	ja	jeweils Gesamtmenge (3 g) mit 20 mL Toluol extrahiert, 1:6 verdünnt, ggf weiter verdünnt)

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
					ja / nein	ja / nein	
alle Parameter: Hinweise zu internem Standard	17			IS: Anthracen-d10: Acenaphthylen bis Chrysen gleich; IS: Triphenylbenzol: Benzoanthracen bis Benzopyrylen gleich			
spezifischer Hinweis Benzo[k]fluoranthen	17						Die Benzofluoranthene sind nicht basenliniengetrengt und wurden zusammen integriert
spezifischer Hinweis: Indeno[1,2,3-cd]pyren/ Dibenzo[a,h]anthracen	17						Indeno[1,2,3-cd]pyren/ Dibenzo[a,h]anthracen nicht basenliniengetrengt und wurden zusammen integriert

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
					ja / nein	ja / nein	
Summe 18 PAK / Sum 18 PAH	11			5-Pkt-Kalibrierung, 5 interne Standards			

5.2 Homogenität

5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben

Homogenitätsprüfung von Batch 2 anhand der Bestimmung als Summenparameter mittels photometrischer Messung bei 400 nm nach Toluol-Extraktion:

Wiederholmessungen		rel. Einheit
Proben Nr.	1	101,1
Proben Nr.	2	115,5
Proben Nr.	3	90,2
Proben Nr.	4	95,5
Proben Nr.	5	97,7

Allgemeiner Mittelwert 100,0
Wiederholstandardabweichung 9,5 9,5%

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

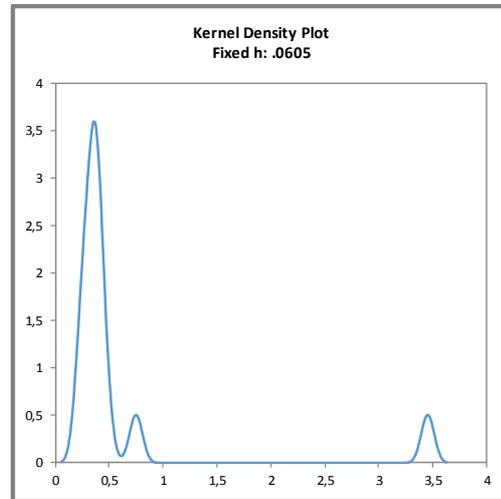
Abbildungen:

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

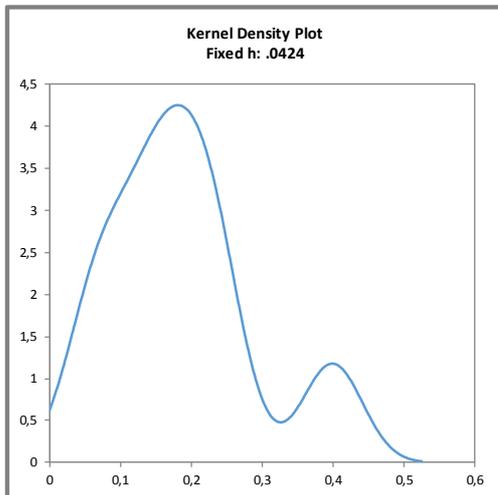
Figures:

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

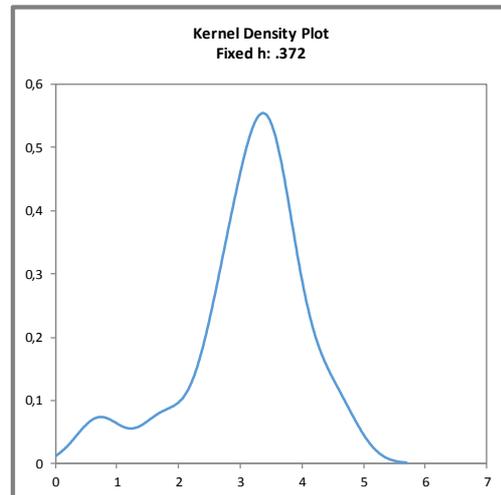
Acenaphthen (e)



Naphthalin (e)



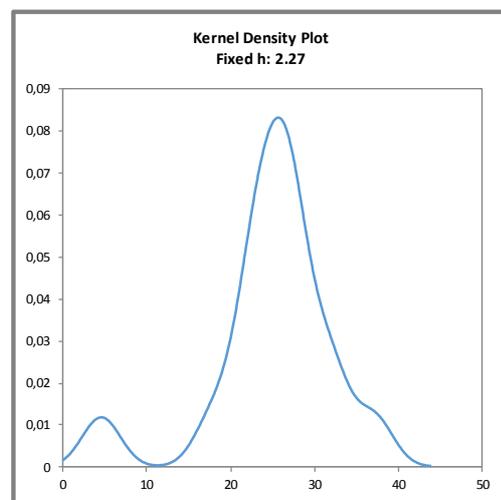
Fluoren (e)



Acenaphthylen (e)

< 8 Ergebnisse
< 8 Results

Phenanthren (e)



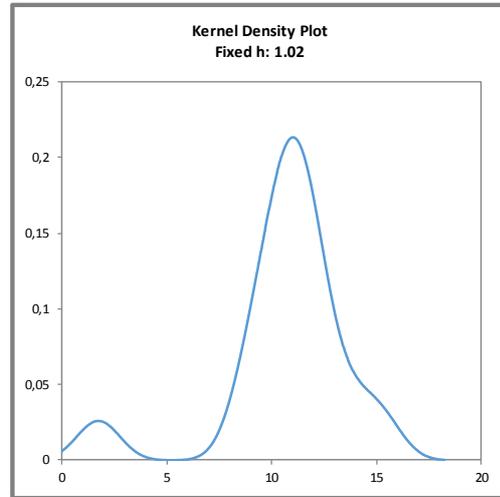
Abbildungen:

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

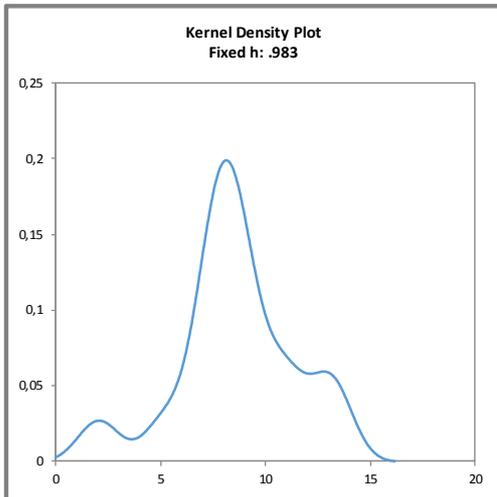
Figures:

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

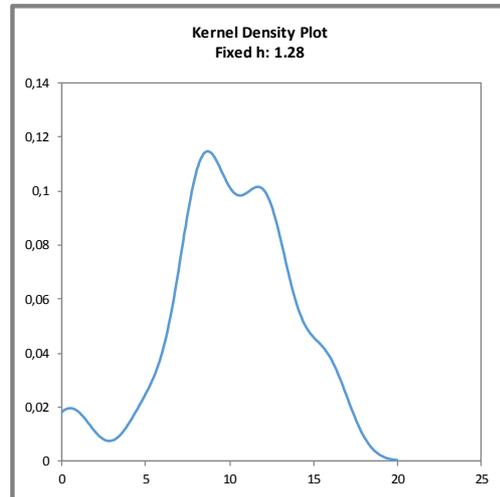
Pyren (e)



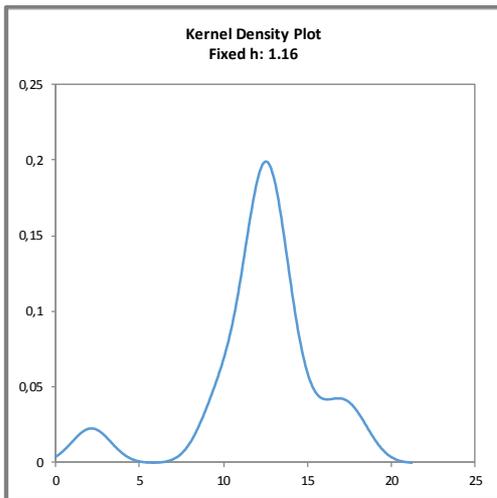
Anthracen (e)



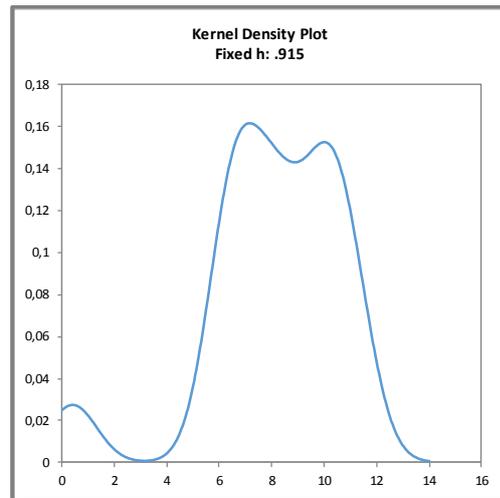
Chrysen (e)



Fluoranthen (e)



Benzo[a]anthracen (e)



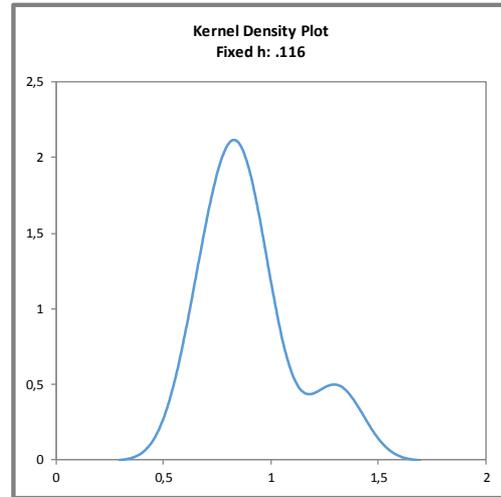
Abbildungen:

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

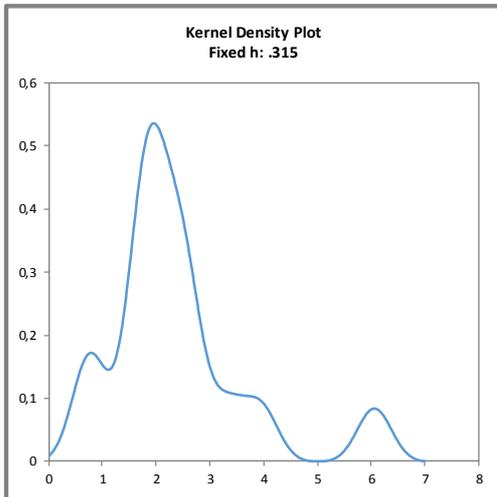
Figures:

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

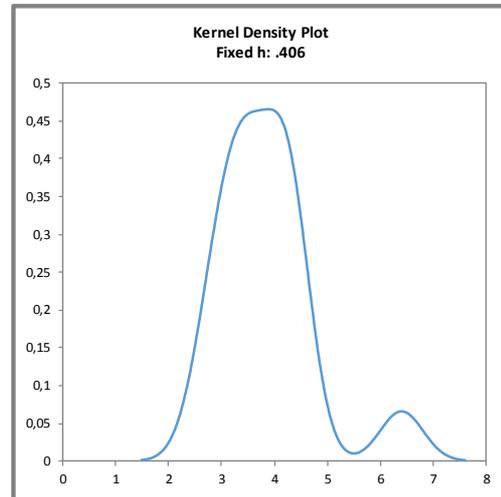
Benzo[k]fluoranthen (e)



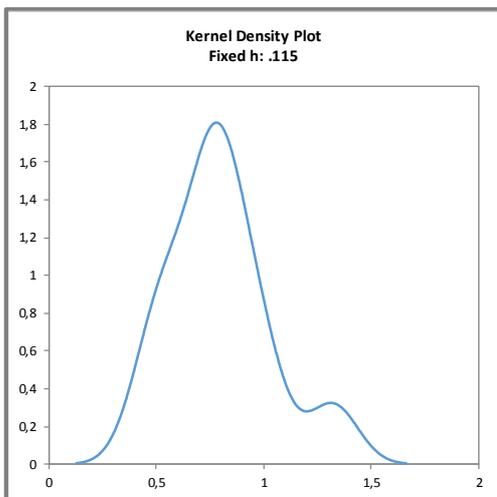
Benzo[b]fluoranthen (e)



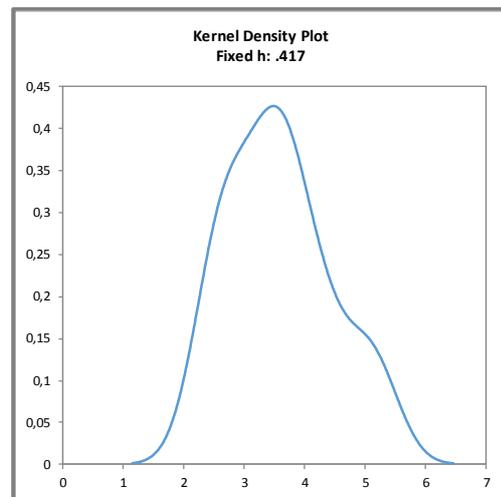
Benzo[a]pyren (e)



Benzo[j]fluoranthen (e)



Benzo[e]pyren (e)



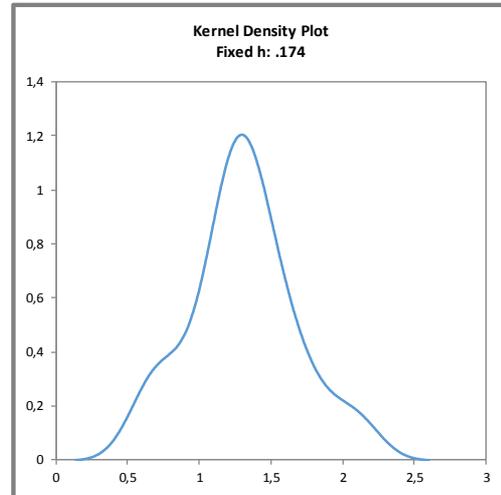
Abbildungen:

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

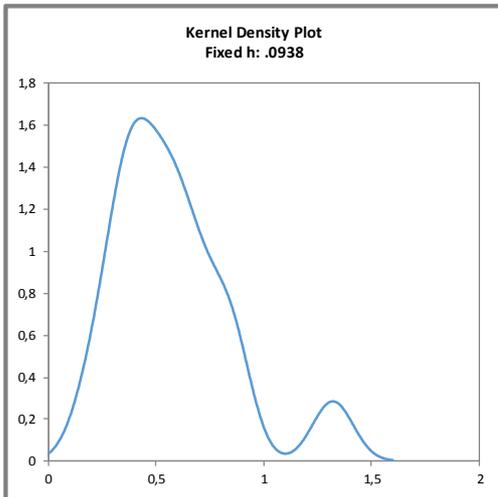
Figures:

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

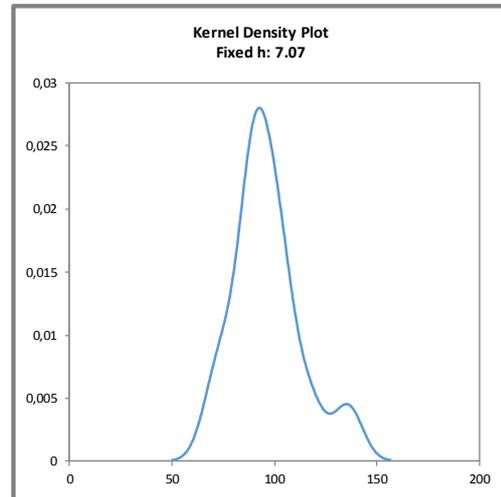
Benzo[ghi]perylen (e)



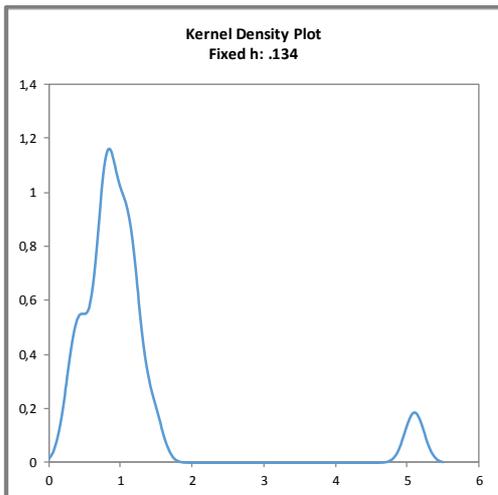
Dibenzo[ah]anthracen (e)



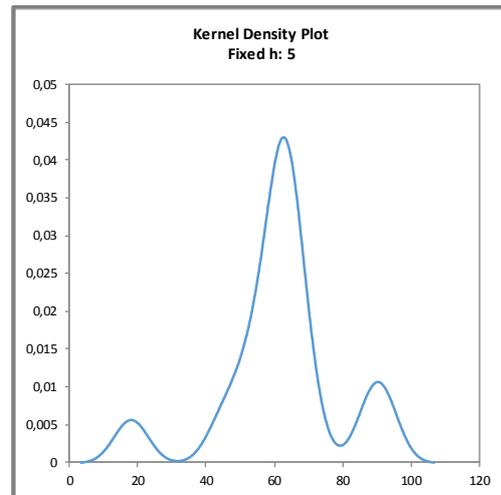
Summe 18 PAK / Sum 18 PAH



Indeno[1,2,3 cd]pyren (e)



Summe 7 PAK / Sum 7 PAH



5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 57-2018
EP-Name	Produkt für Kinder I: PAK in Kunststoff-Spielzeug
Probenmatrix (Prozessierung)	Proben I+ II: Kunststoff- bzw. Gummitteilchen
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I+II: je 3 g
Lagerungsinformation	Proben I+II: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Polyzyklische Aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK), als Einzelverbindungen sowie Summe 18 PAK und 7 PAK, siehe Ergebnisabgabedatei.
Untersuchungsmethoden	Zur quantitativen Bestimmung der PAK soll die Methode des Ausschusses für Produktsicherheit der Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (AfPS 2014:01 PAK) oder eine vergleichbare Methode eingesetzt werden.
Hinweis 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. Für die vorliegenden Proben empfehlen wir die jeweilige Gesamtmenge zu durchmischen.
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 Stellen	Mindestens 2
Ergebnisabgabe	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
Abgabetermin	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Auswertebericht	spätestens 26. Oktober 2018
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		SCHWEIZ
		Deutschland
		UNGARN
		Deutschland
		POLEN
		Deutschland
		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. AfPS GS 2014:01 PAK: Prüfung und Bewertung von Polzyklischen Aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) bei der Zuerkennung des GS-Zeichens, Ausschuss für Produktsicherheit (AfPS), GS-Spezifikation / Testing and assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in the course of awarding the GS mark, Product Safety Commission (AfPS), GS Specification
19. DIN EN 15527:2008: Charakterisierung von Abfällen - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Abfall mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC/MS) / Characterization of waste - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in waste using gas chromatography mass spectrometry (GC/MS)
20. Verordnung / Regulation 1272/2013/EU: zur Änderung von Anhang XVII der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlament und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) hinsichtlich polyzyklischer aromatischer Kohlenwasserstoffe /

amending Annex XVII to Regulation (EC) No 1907/2006 of the European Parliament and of the Council on the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH) as regards polycyclic aromatic hydrocarbons

DLA 57/2018 - Produkt für Kinder I

Von 18 Teilnehmern haben 17 mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Bestimmungen der Polycyclischen Aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) in der Kunststoffprobe erfolgten in Anlehnung an die AfPS GS Methode. Die statistische Auswertung von 17 PAK, der Summe von 18 PAK und 7 PAK gemäß AfPS GS wurde mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz durchgeführt. Für alle Parameter erfolgte die Bewertung unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score. Es lagen 71-100% der Ergebnisse der Teilnehmer für die Parameter im jeweiligen Zielbereich. Details sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

3 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Polen, Schweiz, Ungarn).