



Auswertungs-Bericht
Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptAU03 (2021)

Iod und Fluor

in Speisesalz

DLA - Proficiency Tests GmbH
Hauptstr. 80
23845 Oering/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>	<p>DLA - Proficiency Tests GmbH Hauptstr. 80, 23845 Oering, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA ptAU03 (2021)
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (12. November 2021)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler-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: 12. November 2021</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Keine As part of the present proficiency test the following services were subcontracted: none</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	5
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißern.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	11
3.7 z-Score.....	11
3.7.1 Warn- und Eingriffssignale.....	12
3.8 z'-Score.....	12
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	13
3.10 Quotient S*/opt.....	13
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	13
4. Ergebnisse.....	14
4.1 Iod in mg/kg.....	15
4.2 Fluor in mg/kg.....	18
4.3 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	21
5. Dokumentation.....	22
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	22
5.1.1 Primärdaten.....	22
5.1.2 Analytische Methoden.....	24
5.2 Homogenität.....	26
5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	26
5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	27
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	28
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	29

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine Mischung von handelsüblichen Speisesalzen von Europäischen Anbietern.

Der Inhalt der Verpackungseinheiten wurde zusammen gegeben und homogenisiert.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 200 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Zutaten) und die anhand Deklaration berechneten Gehalte an Iod und Fluor sind in Tabelle 1 bzw. 2 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Iodiertes Speisesalz mit Fluor
<u>Zutaten:</u> Siedespeisesalz, Kaliumfluorid, Kaliumiodat, Trennmittel: Natriumferrocyanid, Natriumcarbonate

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

Tabelle 2: Gehalte an Parametern gemäß Angaben des Herstellers (deklarierte Gehalte)

Parameter	Gehalt pro kg
Iod	18 mg
Fluor	248 mg

2.1.1 Homogenität

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für Iod bei 3,83% und für Fluor bei 8,96%. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU 00.00-93 und ASU 47.03-1, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 2) [18-19]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.2).

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

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

2.1.2 Stabilität

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

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

Da es sich bei den EP-Proben um 100% Speisesalz, war die Stabilität des Probenmaterials somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 27. Kalenderwoche 2021 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 03. September 2021.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben von jodiertem Speisesalz mit Fluor. Die Analysemethode zur Bestimmung der Parameter Iod und Fluor ist freigestellt.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung. (siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

Weitere Information siehe unter Punkt 5.3.

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Alle 9 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert (X_{pt}) der robuste Mittelwert der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der Median als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: $\Delta \text{Median} - \text{rob. Mittelwert} > 0,3 \sigma_{pt}$) [3].

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

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

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

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

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung 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 Vergleichsstandardabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißern

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

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

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

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

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für die Parameter Fluor und Iod die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 2 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

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

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18-19]

Parameter	Matrix	Mittelwerte (mg/kg)	RSD_r (%)	RSD_R (%)	σ_{pt} (%)	Methode / Literatur
Iod	Kabeljau- fleisch	4,15	0,7	8,9	8,89	ICP-MS/ [18] ASU 00.00-93
Iod	Iod-Salz	19,8	6,4	15	14,3 ¹	ICP-MS/ [18] ASU 00.00-93
Iod	Meeresalgen	40,1	0,9	6,2	6,17	ICP-MS/ [18] ASU 00.00-93
Fluor	Tee	150	1,76	4,69	4,52	Potentiometrisch/[19] ASU 47.03-1
Fluor	Tee	113	1,65	9,15	9,08	Potentiometrisch/[19] ASU 47.03-1
Fluor	Tee	152	1,98	6,14	5,98 ¹	Potentiometrisch/[19] ASU 47.03-1

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

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

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs von 2017 und 2019 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert	rob. SD (S*)	rel. SD (VK _{s*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Iod	Speisesalz	18,5	2,60	14,1	1,0	DLA 31/2017
Iod	Speisesalz	23,2	2,72	11,7	0,82	DLA 31/2019
Iod	Speisesalz	18,3	2,62	14,3	1,4	DLA ptAU03 (2021)
Fluor	Speisesalz	200	41,9	21,0	1,8*	DLA 31/2017
Fluor	Speisesalz	314	65,9	21,0	2,0*	DLA 31/2019
Fluor	Speisesalz	217	7,22	3,32	0,47	DLA ptAU03 (2021)

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt}'

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert $> 3,0$ oder $< -3,0$ ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. 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 (X_{pt}) 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]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{X}$$

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}) ≤ 0,3 σ_{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

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

Kenndaten
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (X_{pt})
Robuste Standardabweichung (S^*)
Anzahl mit m Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung (S_r)
Variationskoeffizient (VK_r) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
<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 $U(X_{pt})$
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	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation	σ_{pt}	(Info)	Remark

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

4.1 Iod in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	18,3
Median	18,0
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	18,3
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,62
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,711
Variationskoeffizient (VK_r)	3,83%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	2,39
Variationskoeffizient (VK_R)	12,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	1,89
Zielstandardabweichung (zur Information)	2,62
Untere Grenze des Zielbereichs	14,5
Obere Grenze des Zielbereichs	22,1
Quotient S^*/σ_{pt}	1,4
Standardunsicherheit $U(\bar{x}_{pt})$	1,09
Quotient $U(\bar{x}_{pt})/\sigma_{pt}$	0,58
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.1 dem allgemeinen Modell nach Horwitz berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung gemäß eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-93) angegeben (s. 3.6.2).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

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

100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

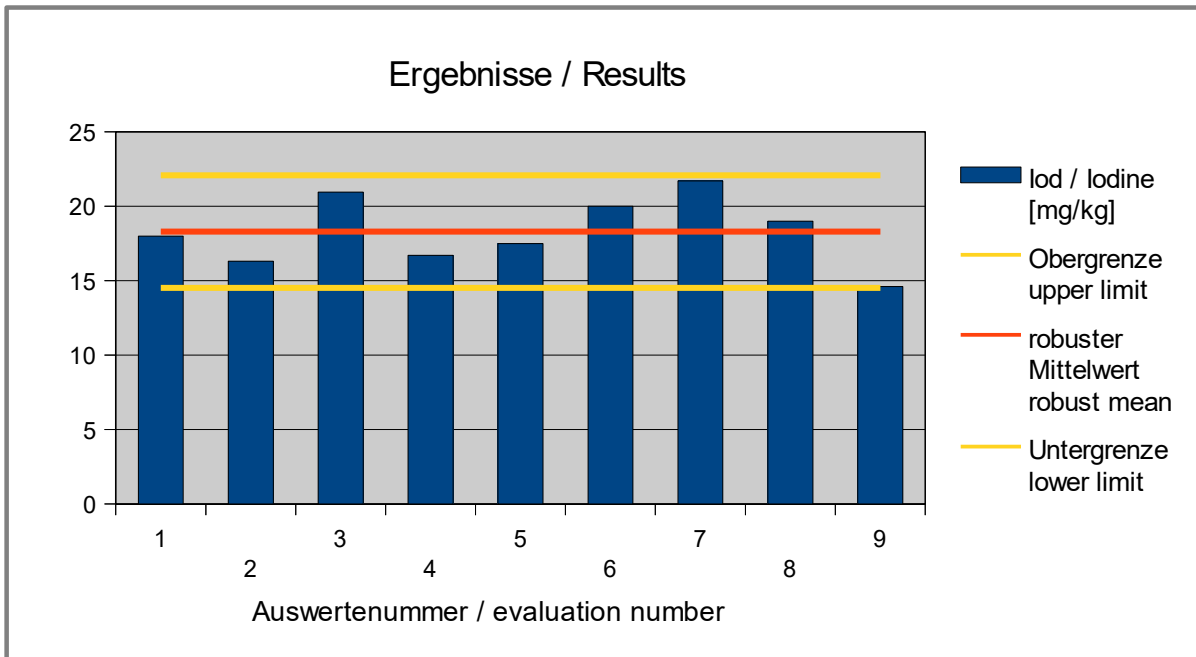


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Iod / Results Iodine

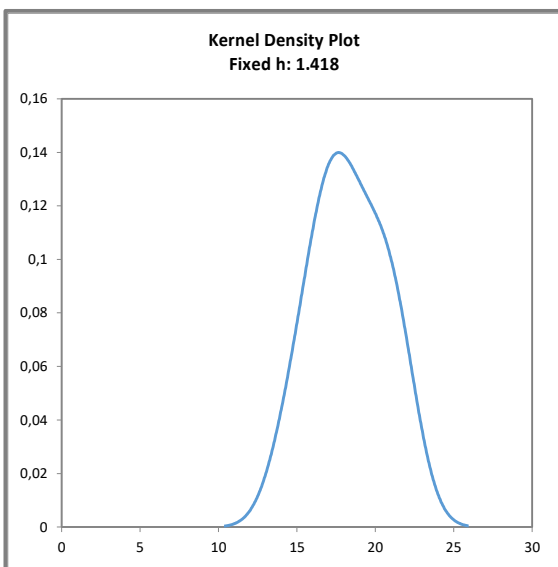


Abb. / Fig. 2:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine annähernd symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer leichten Schulter.

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

Auswertenummer Evaluation number	Iod / Iodine [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	18,0	-0,308	-0,16	-0,12	
2	16,3 *	-1,998	-1,1	-0,76	
3	21,0 *	2,642	1,4	1,0	
4	16,7	-1,608	-0,85	-0,61	
5	17,5	-0,808	-0,43	-0,31	
6	20,0	1,692	0,89	0,65	
7	21,7	3,392	1,8	1,3	
8	19,0	0,692	0,37	0,26	
9	14,6	-3,698	-2,0	-1,4	

* Mittelwert von DLA berechnet

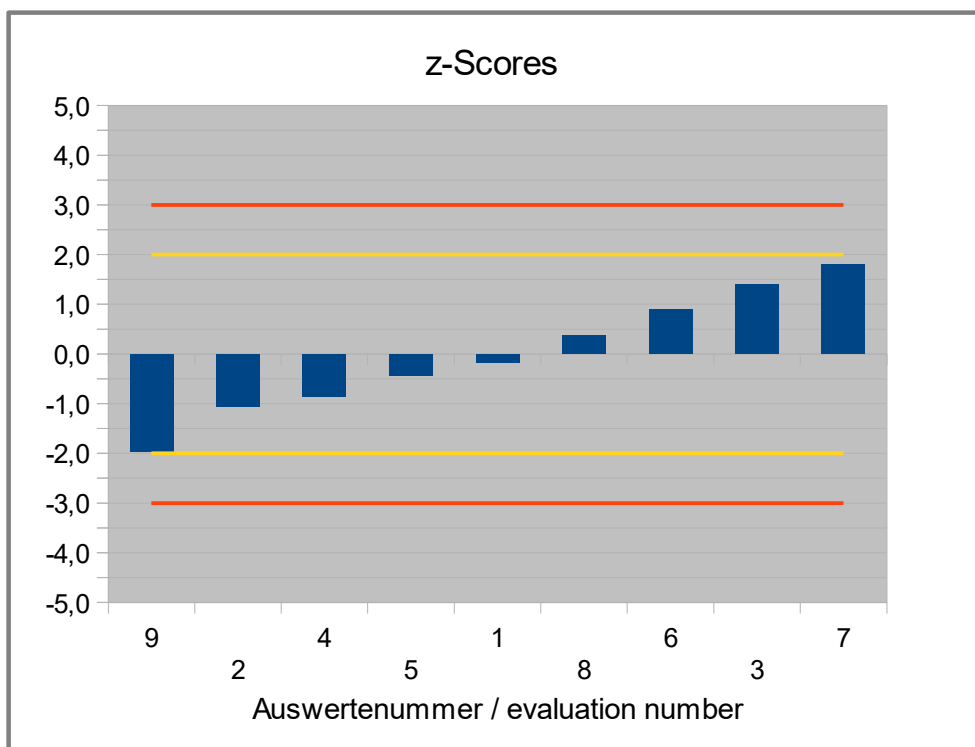


Abb. / Fig. 3: z-Score Iod / Iodine

4.2 Fluor in mg/kg**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	217
Median	219
Robuster Mittelwert (X_{pt})	217
Robuste Standardabweichung (S^*)	7,22
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	7
Wiederholstandardabweichung (S_r)	19,5
Variationskoeffizient (VK_r)	8,96%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	-
Variationskoeffizient (VK_R)	-
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	15,5
Zielstandardabweichung (zur Information)	13,0
Untere Grenze des Zielbereichs	186
Obere Grenze des Zielbereichs	248
Quotient S^*/σ_{pt}	0,47
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	3,19
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,21
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.1 dem allgemeinen Modell nach Horwitz berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung gemäß eines Versuchs zur Präzision (ASU S64 L 00.00-93) angegeben (s. 3.6.2).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine geringe Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 1,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Die Wiederholstandardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

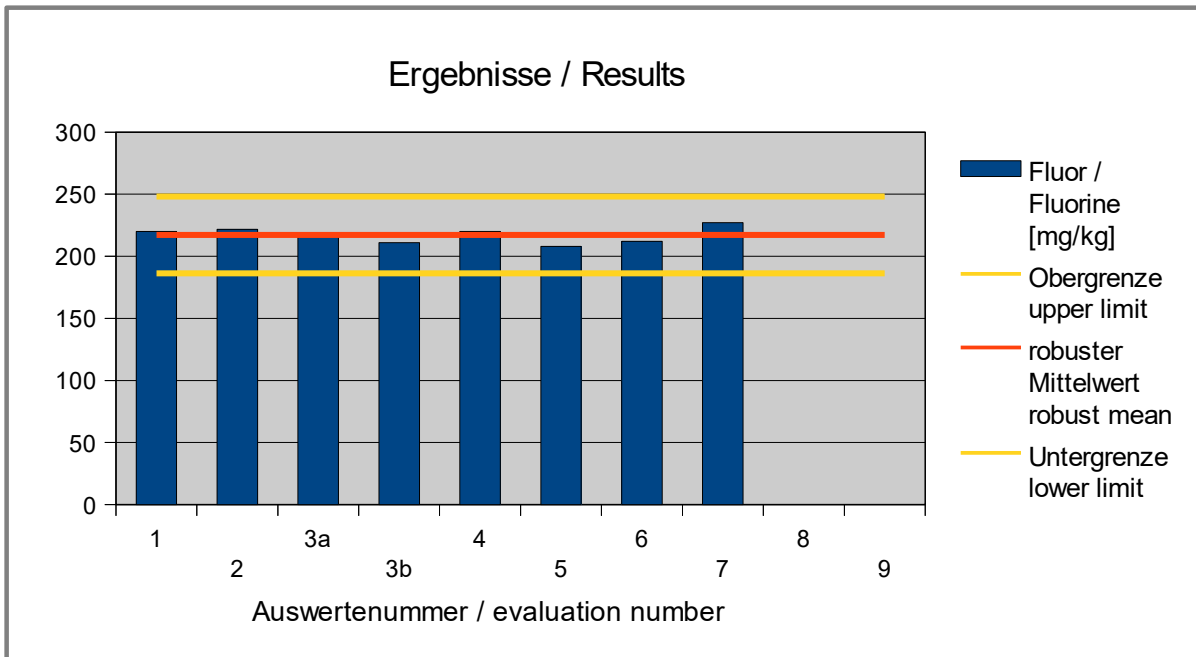


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse Fluor / Results Fluorine

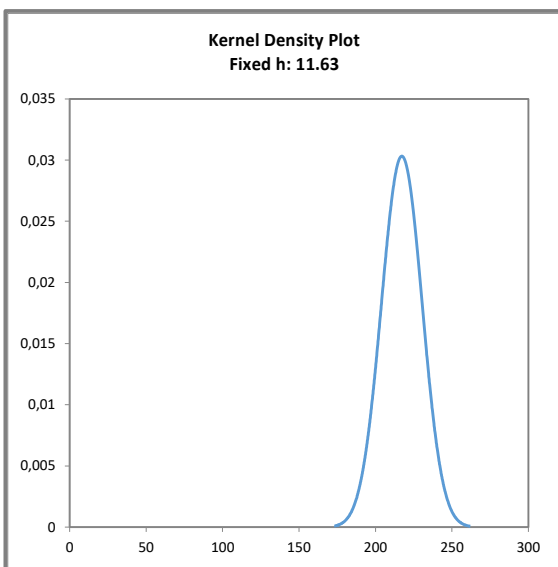


Abb. / Fig. 5:
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Kernel density plot of results
with $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine annähernd symmetrische Verteilung der Ergebnisse.

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

Auswertenummer Evaluation number	Fluor / Fluorine [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	220	2,8	0,18	0,22	
2	222	4,6	0,30	0,36	
3a	218	0,5	0,03	0,04	
3b	211 *	-6,2	-0,40	-0,48	
4	220 *	2,8	0,18	0,22	
5	208	-9,2	-0,59	-0,71	
6	212	-5,2	-0,34	-0,40	
7	227	9,8	0,63	0,76	
8					
9					

* Mittelwert von DLA berechnet

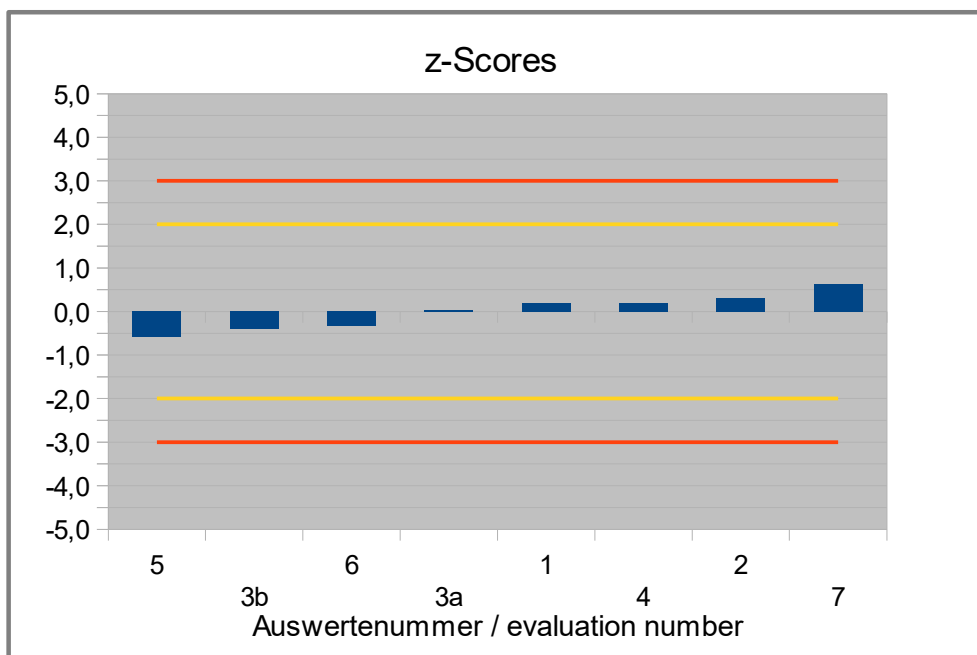


Abb. / Fig. 6: z-Scores Fluor / fluorine

4.3 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Auswertenummer	Iod	Fluor
1	-0,16	0,18
2	-1,1	0,30
3/3a	1,4	0,03
3b		-0,40
4	-0,85	0,18
5	-0,43	-0,59
6	0,89	-0,34
7	1,8	0,63
8	0,37	
9	-2,0	

Bewertung des z-Scores / valuation of z-score (DIN ISO 13528:2009-01):

$-2 \leq z\text{-score} \leq 2$ erfolgreich / successful (in green)

$-2 > z\text{-score} > 2$ „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)

$-3 > z\text{-score} > 3$ „Eingriffssignal“ / action signal (in red)

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	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	
					Tag/Monat					ja / nein	in %		
Iod / Iodine	1	mg/kg	4	18	29/07 & 03/08	18	18	18	0,4	nein	103	Titrimetrie (Hausmethode)	
	2	mg/kg	8	---	03. Aug	17,1	16.89 17.31	---	---	Nein	---	MET-CENAN-DECYTA-015 Quantitative Bestimmung von Iod in Salz. Hrsg. Nr. 09.2020	
	2	mg/kg	---	14	03. Aug	15,52	---	15.41 15.63		Nein	---	MET-CENAN-DECYTA-015 Quantitative Bestimmung von Iod in Salz. Hrsg. Nr. 09.2020	
	3	mg/kg	3	19	26.08.		20,2	21,7	0,3 mg/kg	ja	107	ASU L 00.00-93	
	4	mg/kg	5	17	Aug 21	16,7	16,5	17				Titrimetrisch	
	5	mg/kg	9	13	Aug 21	17,5	17	18				Titrimetrisch	
	6	mg/kg	2	20	06.08.	20	19,3	20,6	3	nein		titrimetrisch nach TGL 21820/05	
	7	mg/kg	DLA ptAU03- 2021	DLA ptAU03- 2021	23.08.2021	21,7	22,6	20,9		nein			Jodat mittels potentiometrischer Titration
	8	mg/kg	7	15	31. Aug	19	19	19	1	ja	102	UNI EN 15111:2007	
9	mg/kg	6	16	15. Jul	14,61	14,58	14,63	1	nein	100	SLMB 1064		

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
					Tag/Monat					ja / nein	in %	
Fluor / Fluorine	1	mg/kg	4	18	04&05/08	220	210	230	50	nein	98	Potentiometrie (§ 64 LFGB ASU L 49.00-7, modifiziert)
	2	mg/kg	8	---	04. Aug	231,06	230.71 231.41	---	---	nein	---	MET-CENAN-DECYTA-017 Bestimmung von Fluor in Salz und Wasser. Potentiometrische selektive Ionenmethode. Hrsg. Nr. 03.2020
	2	mg/kg	---	14	04. Aug	212,58	---	212.25 212.91		nein	---	MET-CENAN-DECYTA-017 Bestimmung von Fluor in Salz und Wasser. Potentiometrische selektive Ionenmethode. Hrsg. Nr. 03.2020
	3a	mg/kg	3	19	27.07.		192,1	243,2		nein	86,5	ASU L59.11-18
	3b	mg/kg	3	19	27.07.		188	234		nein	89,5	Bestimmung von Anionen und organischen Säuren mittels IC in Lebensmitteln
	4	mg/kg	5	17	Aug 21	220	227	214		nein		Hausmethode GC-FID
	5	mg/kg	9	13	Aug 21	208	207	208		nein		Hausmethode GC-FID
	6	mg/kg	2	20	05.08.	212	224	119	10	nein	100,3	ASU § 64 LFGB, L59.11-18; Nov. 1986
	7	mg/kg	DLA ptAU03-2021	DLA ptAU03-2021	24.08.2021	227	229	225	31	nein		Fluorid mittels ionensensitiver Elektrode
8	mg/kg											
9	mg/kg											

5.1.2 Analytische Methoden

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
					ja / nein	ja / nein	
Iod / Iodine	1	Vermahlung	iodometrische Titration	DLA 31/2017	ja	ja	
	2	Probe in Wasser aufgelöst	Volumetrisch	interne Kontrollprobe	nein	ja	Die Probe ändert die Farbe vor der Titration, wenn KI hinzugefügt wird.
	2	Probe in Wasser aufgelöst	Volumetrisch	interne Kontrollprobe	nein	ja	Die Probe ändert die Farbe vor der Titration, wenn KI hinzugefügt wird.
	3	0,5g/25ml TMAH, 1:5 verdünnt = Messlösung	ICP-MS	I-Std 1000 mg/l von Merck	nein, mit diverserem Referenzmaterial	ja	
	4	Probe wurde vollständig vermahlen					
	5	Probe wurde vollständig vermahlen					
	6					ja	Siehe * * Jod wurde titrimetrisch bestimmt. Aufgrund des hohen Gehaltes an wasserunlöslichen Stoffen war der Umschlagspunkt nicht eindeutig zu bestimmen.
	7		bestimmt als Jodat				Ergebnis angegeben als Jodat, nicht umgerechnet auf Jod
	8	Mineralisierung	ICP-MS	Kalibrierung mit MRC Sigma Aldrich Produkt n. 41271	nein	ja	-
9		Maßanalytisch			ja	ja	

Parameter	Teilnehmer	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
					ja / nein	ja / nein	
Fluor / Fluorine	1	Vermahlung	ionenselektive Elektrode	DLA 31/2017	ja	ja	
	2	Probe in Wasser aufgelöst	selektives Ion	interne Kontrollprobe	nein	nein	
	2	Probe in Wasser aufgelöst	selektives Ion	interne Kontrollprobe	nein	nein	
	3a	50 g Salz in 500 ml gelöst; Verdünnung 1:10 = Messlg	Messung mit Fluorid - Ionen-sensitiver Elektrode	Certipur Fluorid- Standardlösung 1000 mg/l F von Merck	ja	ja	
	3b	(50 g Salz in 500 ml gelöst + Verdünnung 1:10 + Aufreinigung mit On Guard Ag/H-Kartuschen) = Messlg; (5 g Salz in 500 ml gelöst+ + Aufreinigung mit On Guard Ag/H-Kartuschen) = Messlösung	IC-LF	TraceCert Fluorid-Standardlösung 1000 mg/l F von Sigma-Aldrich	ja, mit einem Speisesalz ohne Fluorid-zusatz	ja	
	4	Probe wurde vollständig vermahlen; Silylierung mit TECS und Extraktion mit Cyclohexan	GC-FID mit ISTD Xylol			ja	
	5	Probe wurde vollständig vermahlen; Silylierung mit TECS und Extraktion mit Cyclohexan	GC-FID mit ISTD Xylol			ja	
	6				nein	ja	
	7		bestimmt als Fluorid				
8							
9							

5.2 Homogenität

5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

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

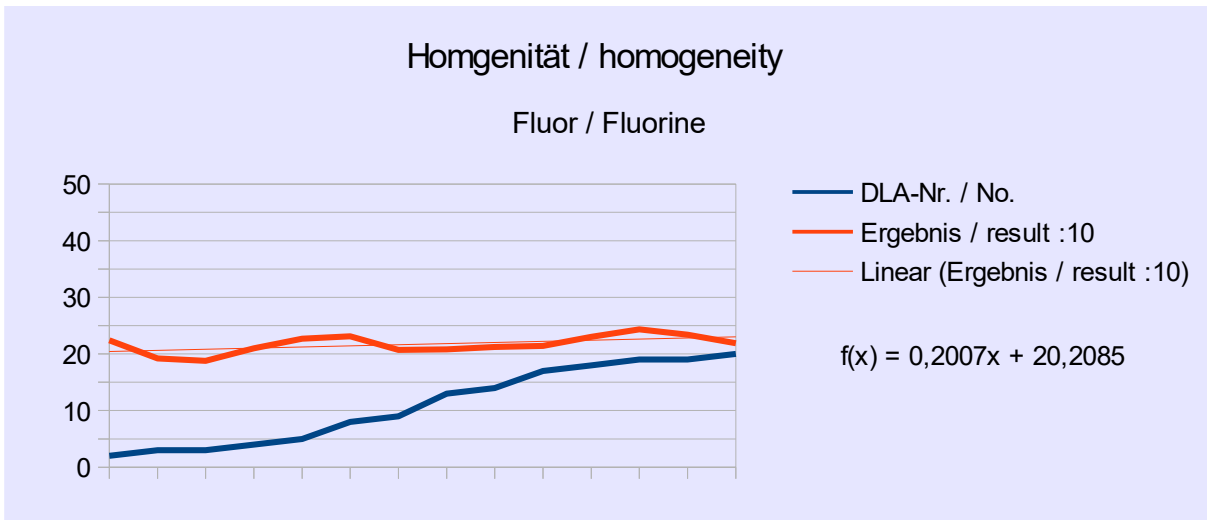


Abb./Fig. 7:
Trendfunktion Probennummern vs. Fluor Ergebnisse (1/10 dargestellt)
trend line function sample number vs. fluorine results (1/10 shown)

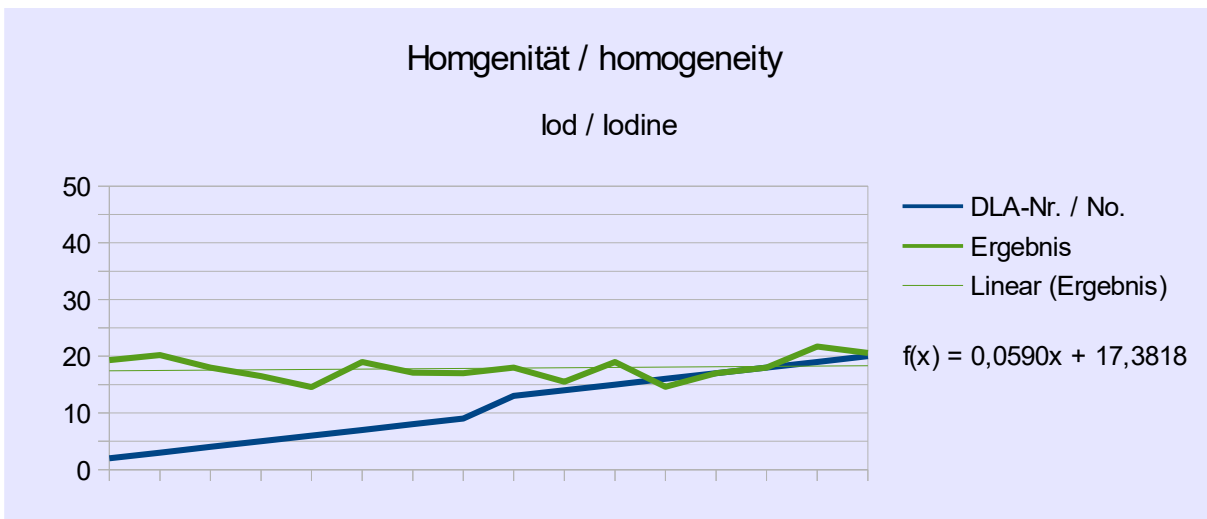


Abb./Fig. 8:
Trendfunktion Probennummern vs. Iod Ergebnisse
trend line function sample number vs. iodine results

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA ptAU03 - 2021
EP-Name	Iod und Fluor in Speisesalz
Probenmatrix*	Proben I + II: Jodsalz mit Fluorid / Zutaten: Siedespeisesalz, Kaliumfluorid, Kaliumjodat, Trennmittel: Natriumferrocyanid, Natriumcarbonate
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 200 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Iod und Fluor
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe I und II sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe I und II), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe I und II - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Letzter Abgabetermin	spätestens 03. September 2021
Auswertebereicht	Der Auswertebereicht 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
		PERU
		Deutschland
		Deutschland
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		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. ASU § 64 LFGB L 00.00-93 Bestimmung von Iod in Lebensmitteln, ICP-MS-Verfahren (Dezember 2008) [Determination of iodine in foods, ICP-MS method]
19. ASU § 64 LFGB L 47.03-1 Untersuchung von Tee, Bestimmung des Fluoridgehaltes, Potentiometrisches Verfahren (September 1997) [Analysis of tea, determination of the fluorine content, potentiometric method]
20. ASU § 64 LFGB L 49.00-7 Bestimmung von Fluorid in diätetischen Lebensmitteln, ionensensitive Elektrode (Juli 2000) [Determination of fluoride in dietetic foods, ion-sensitive electrode]
21. Schweizer Lebensmittel-Buch, Kochsalz 07 Jodid-Bestimmung (titrimetrisch) [Swiss Book of Foodstuffs, boiling salt 07 determination of iodine, titration]
22. Schweizer Lebensmittel-Buch, Kochsalz 08 Fluorid-Bestimmung (photometrisch) [Swiss Book of Foodstuffs, boiling salt 08 determination of fluoride, photometric]
23. Schweizer Lebensmittel-Buch, Kochsalz 09 Fluorid-Bestimmung (elektrometrisch) [Swiss Book of Foodstuffs, boiling salt 09 determination of fluoride, electrometric]

DLA ptAU03 (2021) - Iod und Fluor

Alle 9 Teilnehmer haben Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Fluor und Iod in Speisesalz erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz. Es lagen für Iod und Fluor je 100% der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

2 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Italien, Österreich) und ein Teilnehmer in Peru.