



**Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 49/2019**

**Schwermetalle und Spurenelemente:**

**in pflanzlichem Lebensmittel**

***DLA - Proficiency Tests GmbH***

*Kalte Weide 21*

*24641 Sievershütten/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><br><i>PT-Provider</i>                     | <b>DLA - Proficiency Tests GmbH</b><br>Kalte Weide 21, 24641 Sievershütten, Germany<br><br>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf<br>Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.<br><br>Tel. ++49-(0)4532-9183358<br>Mob. ++49(0)171-1954375<br>Fax. ++49(0)4102-9944976<br>eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de   |
| <i>EP-Nummer</i><br><i>PT-Number</i>                         | DLA 49/2019   |
| <i>EP-Koordinator</i><br><i>PT-Coordinator</i>               | Dr. Matthias Besler-Scharf  |
| <i>Status des EP-Bericht</i><br><i>Status of PT-Report</i>   | Abschlussbericht / Final report (8. August 2019)<br><br>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen.<br>Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.   |
| <i>EP-Bericht Freigabe</i><br><i>PT-Report Authorization</i> | Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager)<br>- <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i><br>Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager)<br>- <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i><br>Datum / Date: 8. August 2019  |
| <i>Unteraufträge</i><br><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.<br>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><br><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.<br>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.....   | 7  |
| 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....     | 7  |
| 2.3 Ergebnisübermittlung.....                                 | 7  |
| 3. Auswertung.....  | 8  |
| 3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....       | 8  |
| 3.2 Robuste Standardabweichung.....                           | 8  |
| 3.3 Wiederholstandardabweichung.....                          | 8  |
| 3.4 Vergleichsstandardabweichung.....                         | 9  |
| 3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....             | 9  |
| 3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)..... | 10 |
| 3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....                    | 10 |
| 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....            | 11 |
| 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 Al – Aluminium in mg/kg.....                              | 20 |
| 4.2 B – Bor in mg/kg.....                                     | 22 |
| 4.3 Ba – Barium in mg/kg.....                                 | 24 |
| 4.4 Ca – Calcium in mg/kg.....                                | 26 |
| 4.5 Cu – Kupfer in mg/kg.....                                 | 28 |
| 4.6 Fe – Eisen in mg/kg.....                                  | 30 |
| 4.7 I – Iod in mg/kg.....                                     | 32 |
| 4.8 K – Kalium in mg/kg.....                                  | 34 |
| 4.9 Mg – Magnesium in mg/kg.....                              | 36 |
| 4.10 Mn – Mangan in mg/kg.....                                | 38 |
| 4.11 Mo – Molybdän in mg/kg.....                              | 40 |
| 4.12 Na – Natrium in mg/kg.....                               | 42 |
| 4.13 Ni – Nickel in mg/kg.....                                | 44 |
| 4.14 P – Phosphor in mg/kg.....                               | 46 |
| 4.15 Pb – Blei in mg/kg.....                                  | 48 |
| 4.16 Rb – Rubidium in mg/kg.....                              | 50 |
| 4.17 Se – Selen in mg/kg.....                                 | 52 |
| 4.18 Sn – Zinn in mg/kg.....                                  | 54 |
| 4.19 U – Uran in mg/kg.....                                   | 56 |
| 4.20 Zn – Zink 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.....   | 82 |
| 5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben.....   | 82 |
| 5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....          | 82 |
| 5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....                  | 84 |
| 5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....                  | 88 |
| 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge..... | 89 |
| 7. Verzeichnis relevanter Literatur.....                         | 90 |

## 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 Moringablattpulver aus Indien. Mit Ausnahme der Elemente Uran und Zinn, die dem Material zudoziert wurden, sind die Gehalte der Parameter natürlichen Ursprungs.

Nach Homogenisierung des Rohstoffs Moringablattpulver erfolgte die Dotierung der beiden o.g. Elemente mittels Standard-Lösungen durch Zugabe zu einem Aliquot der Grundmischung und Homogenisierung. Anschließend wurde portionsweise erneut Moringablattpulver in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war. Vor der letzten Homogenisierung wurde das gesamte Material gesiebt (mesh < 600µm).

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

Die Zusammensetzung der LVU-Proben ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Probe

| Zutaten   | Gehalt      |
|---|-------------|
| Bio-Moringapulver (Herkunft: Indien)<br>Zutaten: Moringablätter, getrocknet | 100 g/100 g |
| Sn – Zinn<br>Standardlösung: Zinn(IV)-Chlorid in HCl                        | 1,5 mg/kg   |
| U – Uran<br>Standardlösung: Uran(VI)-Nitrat in HNO <sub>3</sub>             | 0,30 mg/kg  |

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

### 2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand einer 8-fach Bestimmung von Kupfer und Uran mittels ICP-MS (DIN EN ISO 17294-2) überprüft. Die Wiederholstandardabweichungen liegen mit 0,97% bzw. 3,8% im Bereich von Wiederholstandardabweichungen vergleichbarer Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2). Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchung sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S<sub>r</sub> der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für alle Analyten, für die jeweils mehr als 7 Ergebnissätze vorlagen, im Bereich von 0,8% – 2,9%. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU §64 L 00.00-144, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [18-28]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.20).

Des Weiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** graphisch zur Information charakterisiert (s. 5.2.2).

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

### 2.1.2 Stabilität

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

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

Der  $a_w$ -Wert der EP-Proben lag bei ca.  $0,23$  ( $21,9^\circ\text{C}$ ). Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

### 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 15. Kalenderwoche 2016 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 24. Mai 2019.

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

*Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben von Moringablattpulver mit überwiegend natürlichen Gehalten an 20 Elementen zur quantitativen Bestimmung.*

*Hinweis: Bitte geben Sie in der Ergebnisdatei die Aufschlussmethode und insbesondere die verwendete Aufschluss-Lösung an, um eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu ermöglichen. Es ist auch möglich für ein Element Ergebnisse verschiedener Aufschlüsse anzugeben.*

*Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung. (siehe Dokumentation unter Punkt 5.4 EP-Informationen)*

### 2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Alle 11 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben.

### 3. Auswertung

#### 3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

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

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

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

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

#### 3.2 Robuste Standardabweichung

Zum Vergleich mit der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  (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 vorlie-

gen.

### 3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

### 3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen, 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  $\sigma_{pt}$  (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

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

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

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

**Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Elemente außer Ca und P die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1). Für Ca und P wurde jeweils die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2, ASU §64 Methode I 00.00-144) berechnet.**

**Zusätzlich wurde für K die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).**

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

#### 3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysemethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  kann als relative Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  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  $\sigma_R$  und der Wiederholstandardabweichung  $\sigma_r$  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  $\sigma_{pt}$  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  $\sigma_{pt}$  wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen bzw. zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegebenen.

**Tabelle 2:** Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [21, 25–28]

| Parameter | Matrix                | Mittelwerte<br>[mg/kg] | $RSD_r$ | $RSD_R$ | $\sigma_{pt}$      | Methode / Literatur |
|-----------|-----------------------|------------------------|---------|---------|--------------------|---------------------|
| Al        | Kakaopulver           | 205                    | 3,25%   | 5,83%   | 5,36% <sup>1</sup> | ICP-MS [18]         |
|           | Kakaopulver           | 210                    | 1,91%   | 8,71%   | 8,61%              | ICP-OES [19]        |
| As        | Fischhomogenat        | 1,6                    | 4,6%    | 8,8%    | 8,18%              | ICP-MS [20]         |
|           | Muscheln              | 9,3                    | 4,5%    | 13%     | 12,6%              | ICP-MS [20]         |
| Pb        | Fischhomogenat        | 2,1                    | 5,0%    | 8%      | 7,18% <sup>1</sup> | ICP-MS [20]         |
|           | Muscheln              | 2,5                    | 13%     | 16%     | 13,1%              | ICP-MS [20]         |
| Ca        | Hummer                | 183                    | 4,90%   | 6,31%   | 5,27%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 6191                   | 3,41%   | 7,97%   | 7,60% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| Cd        | Fischhomogenat        | 0,87                   | 7,3%    | 11%     | 9,71% <sup>1</sup> | ICP-MS [20]         |
|           | Muscheln              | 1,7                    | 3,9%    | 9,5%    | 9,09%              | ICP-MS [20]         |
| Cr        | Säuglingsnahrung      | 0,17                   | 7,3%    | 19%     | 18,3%              | GF-AAS [22]         |
|           | Reispulver            | 0,11                   | 19,2%   | 35%     | 32,3% <sup>1</sup> | GF-AAS [22]         |
| Cu        | Hummer                | 16,40                  | 5,72%   | 6,82%   | 5,49%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 4,51                   | 4,30%   | 11,06%  | 10,6% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| Fe        | Hummer                | 12,1                   | 6,45%   | 8,59%   | 7,28%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 77                     | 2,75%   | 6,98%   | 6,70% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| I         | Kabeljaumuskeln       | 4,15                   | 0,7%    | 8,9%    | 8,89%              | ICP-MS (18)         |
|           | Sojanahrung           | 1,26                   | 3,7%    | 6,7%    | 6,17%              | ICP-MS (18)         |
| K         | Hummer                | 871                    | 3,63%   | 6,27%   | 5,71%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 6733                   | 4,08%   | 5,49%   | 4,67% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| Mn        | Hummer                | 1,20                   | 4,74%   | 7,95%   | 7,21%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 2,19                   | 4,67%   | 13,7%   | 13,3% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| Mg        | Hummer                | 85                     | 3,73%   | 8,63%   | 8,21%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 599                    | 4,30%   | 7,64%   | 7,01% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| Mo        | Säuglingsnahrung      | 0,50                   | 6,6%    | 21%     | 20,5%              | GF-AAS [22]         |
|           | Reispulver            | 0,56                   | 8,7%    | 20%     | 19,0% <sup>1</sup> | GF-AAS [22]         |
| Na        | Hummer                | 186                    | 3,31%   | 6,60%   | 6,17%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 2220                   | 3,67%   | 4,89%   | 4,15% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| P         | Hummer                | 973                    | 3,16%   | 7,13%   | 6,78%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 4129                   | 3,45%   | 7,87%   | 7,48% <sup>1</sup> | ICP-OES [24]        |
| S         | Hummer                | 876                    | 3,13%   | 7,54%   | 7,21%              | ICP-OES [24]        |
|           | Kindernährmittel Soja | 1234                   | 3,86%   | 10,71%  | 10,4%              | ICP-OES [24]        |
| Se        | Katfisch              | 1,797                  | 9,85%   | 10,1%   | 7,31%              | AAS [23]            |
|           | Reis                  | 0,374                  | 2,41%   | 11,8%   | 11,7% <sup>1</sup> | AAS [23]            |
| Zn        | Hummer                | 13,9                   | 4,63%   | 7,90%   | 7,19%              | ICP-OES (24)        |
|           | Kindernährmittel Soja | 43,5                   | 2,60%   | 6,89%   | 6,64% <sup>1</sup> | ICP-OES (24)        |

<sup>1</sup> in der Auswertung (s. Abschnitt 4) angegebene oder 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 oder 3.6.2 teilweise unter Verwendung des z'-Scores als geeignet angesehen.

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

### 3.7 z-Score

Der z-Score wird herangezogen zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore. Er besagt um welches Vielfache der Zielstandardabweichung ( $\sigma_{pt}$ ) 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 ( $\sigma_{pt}$ ) 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  $\geq 10$  Ergebnisse vorliegen [3].

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (grau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2017 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

| Parameter | Matrix (Pulver) | rob. Mittelwert [mg/kg] | rob. SD (S*) [mg/kg] | rel. SD (VK <sub>S*</sub> ) [%] | Quotient S*/opt  | DLA-Bericht |
|-----------|-----------------|-------------------------|----------------------|---------------------------------|------------------|-------------|
| Al        | Kartoffel       | 0,527                   | 0,283                | 53,7%                           | 1,5 <sup>1</sup> | DLA 46/2017 |
| Al        | Aufbaunahrung   | 5,86                    | 2,08                 | 35,5%                           | 1,7 <sup>1</sup> | DLA 49/2018 |
| Al        | Moringablätter  | 44,3                    | 5,33                 | 12,0%                           | 1,3              | DLA 49/2019 |
| B         | Kartoffel       | 3,88                    | 0,689                | 17,8%                           | 1,4              | DLA 46/2017 |
| B         | Moringablätter  | 31,5                    | 2,89                 | 9,19%                           | 0,97             | DLA 49/2019 |
| Ba        | Kartoffel       | 0,220                   | -                    | -                               | -                | DLA 46/2017 |
| Ba        | Aufbaunahrung   | 0,708                   | 0,0791               | 11,2%                           | 0,66             | DLA 49/2018 |
| Ba        | Moringablätter  | 71,3                    | 2,00                 | 2,80%                           | 0,33             | DLA 49/2019 |
| Ca        | Kartoffel       | 238                     | 12,0                 | 5,04%                           | 0,72             | DLA 46/2017 |
| Ca        | Aufbaunahrung   | 6540                    | 259                  | 3,97%                           | 0,93             | DLA 49/2018 |
| Ca        | Moringablätter  | 19588                   | 1727                 | 8,81%                           | 1,2              | DLA 49/2019 |
| Cu        | Kartoffel       | 1,98                    | 0,117                | 5,90%                           | 0,41             | DLA 46/2017 |
| Cu        | Aufbaunahrung   | 4,28                    | 0,611                | 14,3%                           | 1,1              | DLA 49/2018 |
| Cu        | Moringablätter  | 4,86                    | 0,291                | 5,98%                           | 0,47             | DLA 49/2019 |
| Fe        | Kartoffel       | 15,0                    | 1,22                 | 8,10%                           | 0,76             | DLA 46/2017 |
| Fe        | Aufbaunahrung   | 60,3                    | 4,41                 | 7,31%                           | 0,85             | DLA 49/2018 |
| Fe        | Moringablätter  | 108                     | 6,65                 | 6,14%                           | 0,78             | DLA 49/2019 |
| K         | Kartoffel       | 13162                   | 604                  | 4,59%                           | 1,2              | DLA 46/2017 |
| K         | Aufbaunahrung   | 3931                    | 347                  | 8,83%                           | 1,9              | DLA 49/2018 |
| K         | Moringablätter  | 12420                   | 1223                 | 9,85%                           | 1,7 <sup>1</sup> | DLA 49/2019 |
| Mg        | Kartoffel       | 736                     | 27,1                 | 3,68%                           | 0,62             | DLA 46/2017 |
| Mg        | Aufbaunahrung   | 1149                    | 36,3                 | 3,16%                           | 0,57             | DLA 49/2018 |
| Mg        | Moringablätter  | 4704                    | 261                  | 5,56%                           | 1,2              | DLA 49/2019 |
| Mn        | Kartoffel       | 3,66                    | 0,327                | 8,9%                            | 0,68             | DLA 46/2017 |
| Mn        | Aufbaunahrung   | 3,58                    | 0,326                | 9,10%                           | 0,69             | DLA 49/2018 |
| Mn        | Moringablätter  | 61,9                    | 4,93                 | 7,96%                           | 0,93             | DLA 49/2019 |
| Mo        | Kartoffel       | 0,197                   | 0,0161               | 8,2%                            | 0,40             | DLA 46/2017 |
| Mo        | Aufbaunahrung   | 0,830                   | 0,130                | 15,7%                           | 0,95             | DLA 49/2018 |
| Mo        | Moringablätter  | 0,449                   | 0,0385               | 8,59%                           | 0,48             | DLA 49/2019 |

<sup>1</sup> mit Zielstandardabweichung opt'

Fortsetzung nächste Seite

Fortsetzung Tabelle 3:

| Parameter | Matrix (Pulver) | rob. Mittelwert [mg/kg] | rob. SD (S*) [mg/kg] | rel. SD (VK <sub>S*</sub> ) [%] | Quotient S*/opt | DLA-Bericht |
|-----------|-----------------|-------------------------|----------------------|---------------------------------|-----------------|-------------|
| Na        | Kartoffel       | 195                     | 13,7                 | 7,03%                           | 1,0             | DLA 46/2017 |
| Na        | Aufbaunahrung   | 2944                    | 154                  | 5,23%                           | 1,1             | DLA 49/2018 |
| Na        | Moringablätter  | 2478                    | 92,0                 | 4,08%                           | 0,75            | DLA 49/2019 |
| Ni        | Kartoffel       | 0,0398                  | 0,00645              | 16,2%                           | 0,62            | DLA 46/2017 |
| Ni        | Aufbaunahrung   | 0,418                   | 0,0590               | 14,1%                           | 0,77            | DLA 49/2018 |
| Ni        | Moringablätter  | 0,709                   | 0,122                | 17,2%                           | 1,0             | DLA 49/2019 |
| P         | Kartoffel       | 1451                    | 49,1                 | 3,38%                           | 0,63            | DLA 46/2017 |
| P         | Aufbaunahrung   | 4870                    | 386                  | 7,92%                           | 1,8             | DLA 49/2018 |
| P         | Moringablätter  | 2310                    | 167                  | 7,24%                           | 1,0             | DLA 49/2019 |
| Pb        | Moringablätter  | 0,258                   | 0,0288               | 11,2%                           | 0,57            | DLA 49/2019 |
| Se        | Aufbaunahrung   | 0,219                   | 0,0461               | 21,1%                           | 1,0             | DLA 49/2018 |
| Se        | Moringablätter  | 0,578                   | 0,0961               | 16,6%                           | 0,96            | DLA 49/2019 |
| Sn        | Moringablätter  | 1,52                    | 0,0731               | 4,80%                           | 0,32            | DLA 49/2019 |
| U         | Moringablätter  | 0,300                   | 0,0310               | 10,3%                           | 0,54            | DLA 49/2019 |
| Zn        | Kartoffel       | 7,83                    | 0,726                | 9,3%                            | 0,79            | DLA 46/2017 |
| Zn        | Aufbaunahrung   | 109                     | 15,2                 | 14,0%                           | 1,8             | DLA 49/2018 |
| Zn        | Moringablätter  | 14,5                    | 2,19                 | 15,2%                           | 1,4             | DLA 49/2019 |

<sup>1</sup> mit Zielstandardabweichung opt'

### 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 ( $\sigma_{pt}$ ) 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  $\sigma_{pt}'$  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 VKR die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger VKR von z.B. < 5-10% als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein VKR 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 $S^*/\sigma_{pt}$

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

### 3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

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

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

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

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

## 4. Ergebnisse

### Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Parameter annähernd eine 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.

### Anmerkungen zu den Kenndaten:

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

Für P, Sn und U lagen < 7 Ergebnisse vor. Aufgrund der geringen Anzahl der Ergebnisse kann die Aussagekraft der statistischen Auswertung eingeschränkt sein. Die statistischen Kenndaten erlauben jedoch eine Bewertung der Ergebnisse.

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle Parameter außer Ca und P nach dem Modell nach Horwitz berechnet. Für Ca und P wurde die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet.

Zur Information wurde soweit verfügbar die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) mit angegeben. Für Ca und P wurde zur Information zusätzlich die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz berechnet.

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

Für die anderen Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten  $S^*/\sigma_{pt}$  lagen alle im Bereich von 0,3 bis 1,4 (s. Tab. 3).

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

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Es liegen 78% 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:

|  |
|--|
| <b>Kenndaten</b>   |
| 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 %                        |
| <b>Zielkenndaten:</b>  |
| Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$     |
| Zielstandardabweichung zur Information                       |
| untere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}$ ) * |
| obere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}$ ) *  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ oder $S^*/\sigma_{pt}'$           |
| 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 $\sigma_{pt}$ | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|----------------------------|------------|-----------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                            | Deviation  |                       |                | Remark  |

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

### 4.1 Al - Aluminium in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 9           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -           |
| Mittelwert   | 43,4        |
| Median   | 46,0        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>       | <b>44,3</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>5,33</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 1,32        |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 2,91%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 3,90        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 8,63%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>4,01</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 2,37        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>36,3</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>52,3</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,3         |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                       | 2,22        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 89%         |

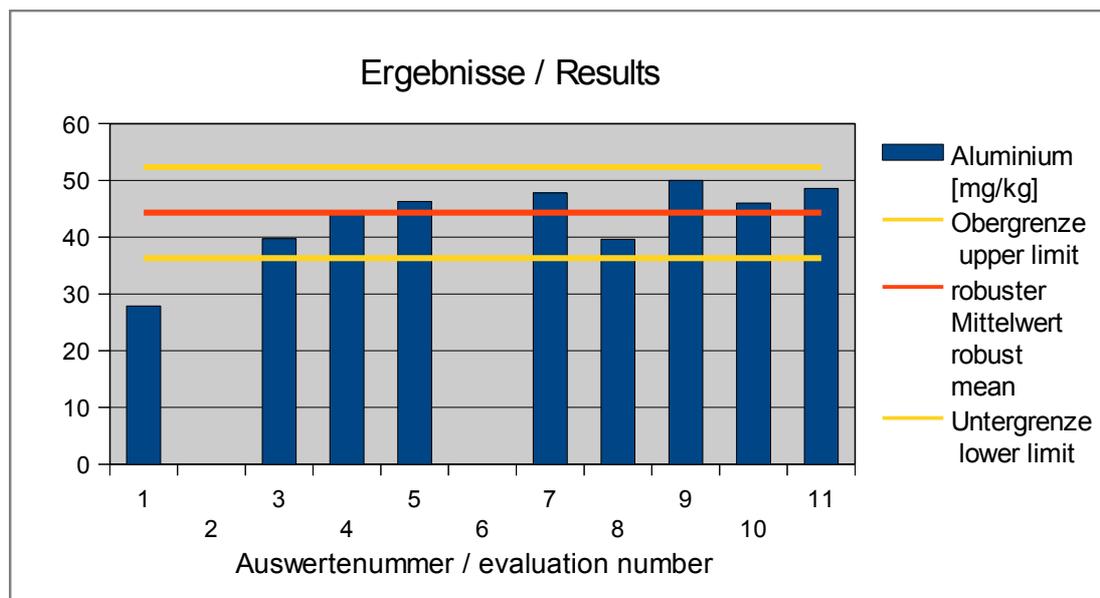
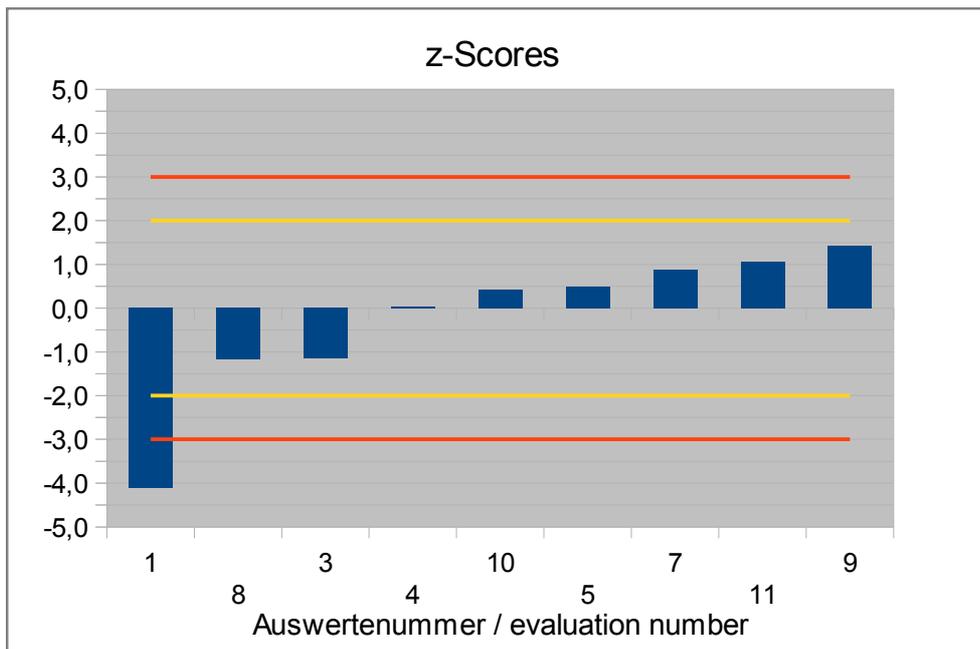


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Aluminium / Results Aluminium

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

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Aluminium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg]<br>Deviation [mg/kg] | z-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|-------------------|---|----------------------------|----------------|-------------------|
| 1                                   | 27,8              | -16,47                                  | -4,1                       | -6,9           |                   |
| 2                                   |                   |   |                            |                |                   |
| 3                                   | 39,7              | -4,60                                   | -1,1                       | -1,9           |                   |
| 4                                   | 44,5              | 0,17                                    | 0,04                       | 0,07           |                   |
| 5                                   | 46,3              | 1,99                                    | 0,50                       | 0,84           |                   |
| 6                                   |                   |   |                            |                |                   |
| 7                                   | 47,8              | 3,49                                    | 0,87                       | 1,5            |                   |
| 8                                   | 39,6              | -4,68                                   | -1,2                       | -2,0           |                   |
| 9                                   | 50,0              | 5,69                                    | 1,4                        | 2,4            |                   |
| 10                                  | 46,0              | 1,67                                    | 0,42                       | 0,70           |                   |
| 11                                  | 48,6              | 4,29                                    | 1,1                        | 1,8            |                   |



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

### 4.2 B - Bor in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 7           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 31,4        |
| Median   | 31,0        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>31,5</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>2,89</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 7           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,426       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,36%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 2,69        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 8,54%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>3,00</b> |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>25,5</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>37,5</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,97        |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 1,37        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 7           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%        |

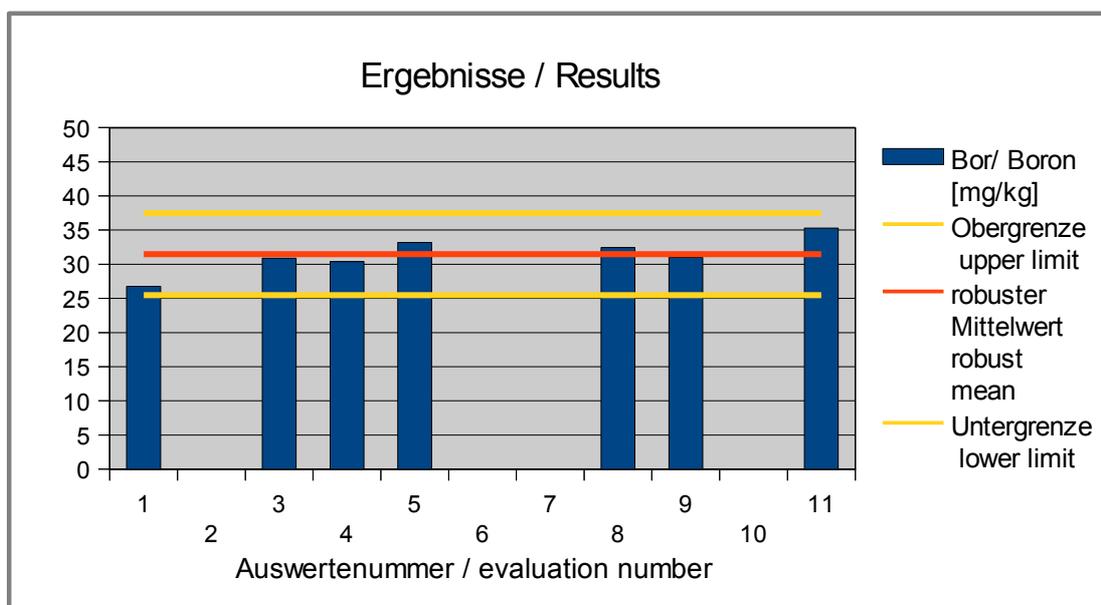


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Bor / Results Boron

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

| Auswertenummer    | Bor/ Boron [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | Hinweis |
|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|---------|
| Evaluation number |                    | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | Remark  |
| 1                 | 26,8               | -4,70              | -1,6              |         |
| 2                 |                    |                    |                   |         |
| 3                 | 30,9               | -0,57              | -0,19             |         |
| 4                 | 30,4               | -1,10              | -0,37             |         |
| 5                 | 33,2               | 1,72               | 0,57              |         |
| 6                 |                    |                    |                   |         |
| 7                 |                    |                    |                   |         |
| 8                 | 32,5               | 0,97               | 0,32              |         |
| 9                 | 31,0               | -0,48              | -0,16             |         |
| 10                |                    |                    |                   |         |
| 11                | 35,3               | 3,82               | 1,3               |         |

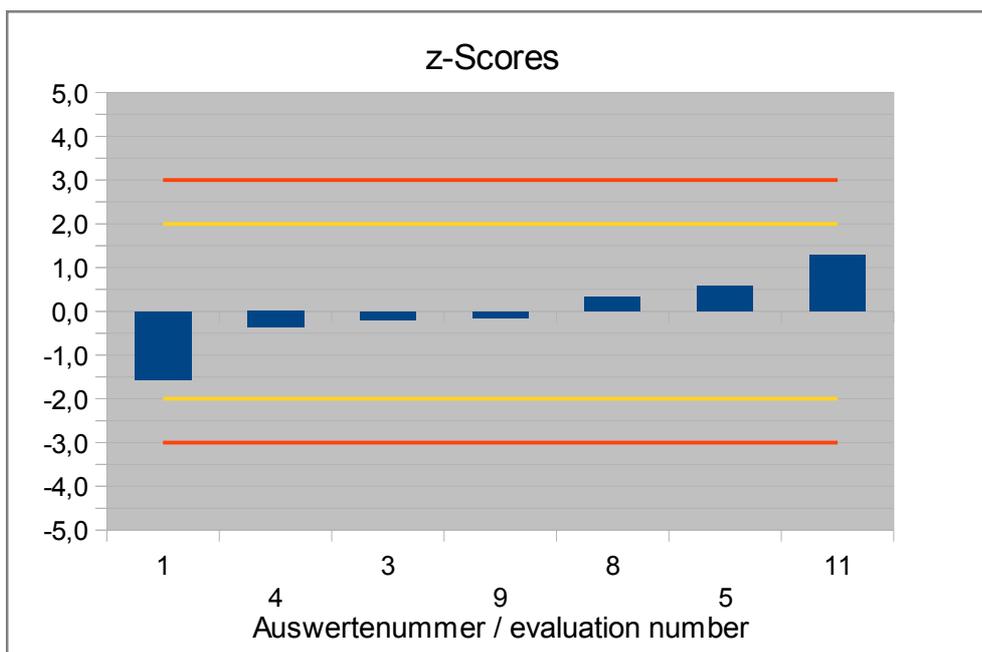


Abb. / Fig. 4: z-Scores Bor / Boron

### 4.3 Ba - Barium in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 8           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 71,2        |
| Median   | 71,9        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>71,3</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>2,00</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,564       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 0,793%      |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 2,16        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 3,03%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>6,00</b> |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>59,3</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>83,3</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,33        |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,884       |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%        |

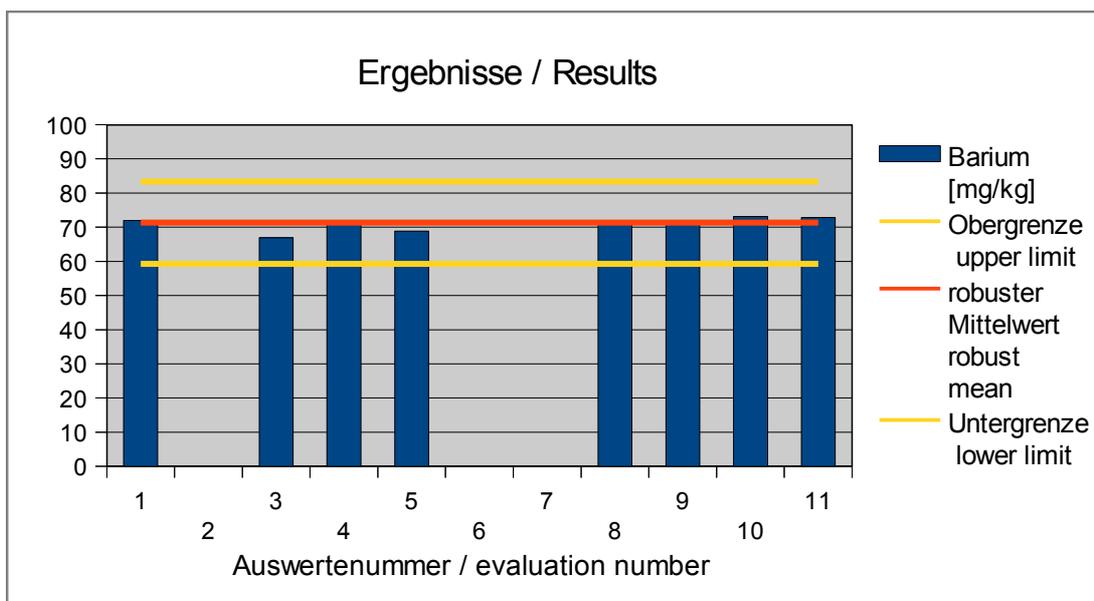
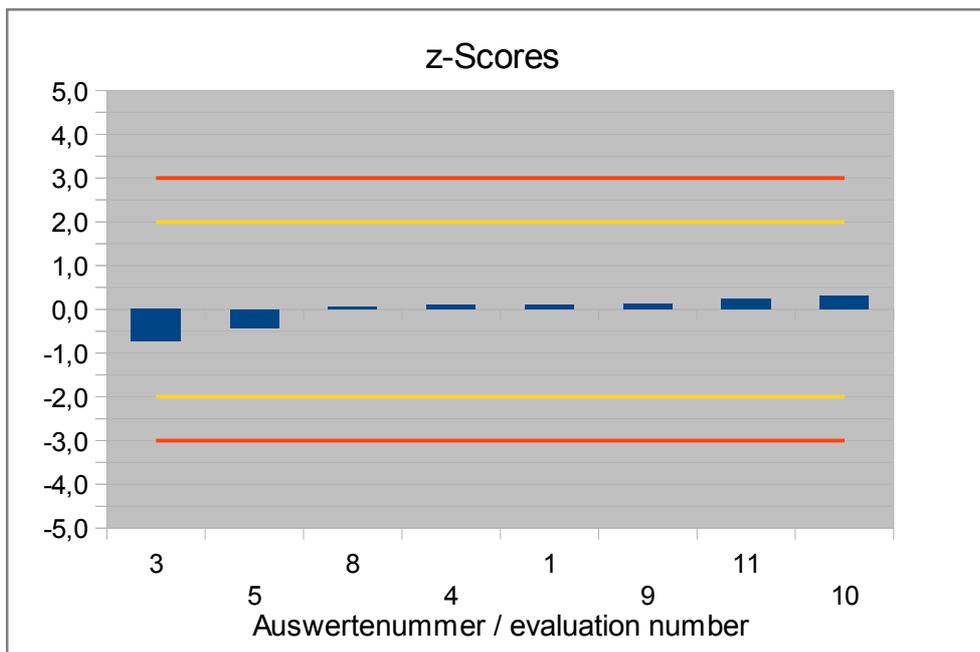


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Barium / Results Barium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Barium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | Hinweis |
|-------------------|----------------|--------------------|-------------------|---------|
| Evaluation number |                | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | Remark  |
| 1                 | 72,0           | 0,61               | 0,10              |         |
| 2                 |                |                    |                   |         |
| 3                 | 66,9           | -4,40              | -0,73             |         |
| 4                 | 71,9           | 0,59               | 0,10              |         |
| 5                 | 68,9           | -2,49              | -0,41             |         |
| 6                 |                |                    |                   |         |
| 7                 |                |                    |                   |         |
| 8                 | 71,7           | 0,38               | 0,06              |         |
| 9                 | 72,0           | 0,66               | 0,11              |         |
| 10                | 73,1           | 1,77               | 0,30              |         |
| 11                | 72,8           | 1,46               | 0,24              |         |



**Abb. / Fig. 6:** z-Scores Barium

### 4.4 Ca - Calcium in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |              |
|--|--------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |              |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 9            |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -            |
| Mittelwert   | 20413        |
| Median   | 19448        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>19588</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>1727</b>  |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8            |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 212          |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,10%        |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 1263         |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 6,56%        |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |              |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>1488</b>  |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 708          |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>16612</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>22564</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,2          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 719          |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8            |
| Prozent im Zielbereich                                 | 89%          |

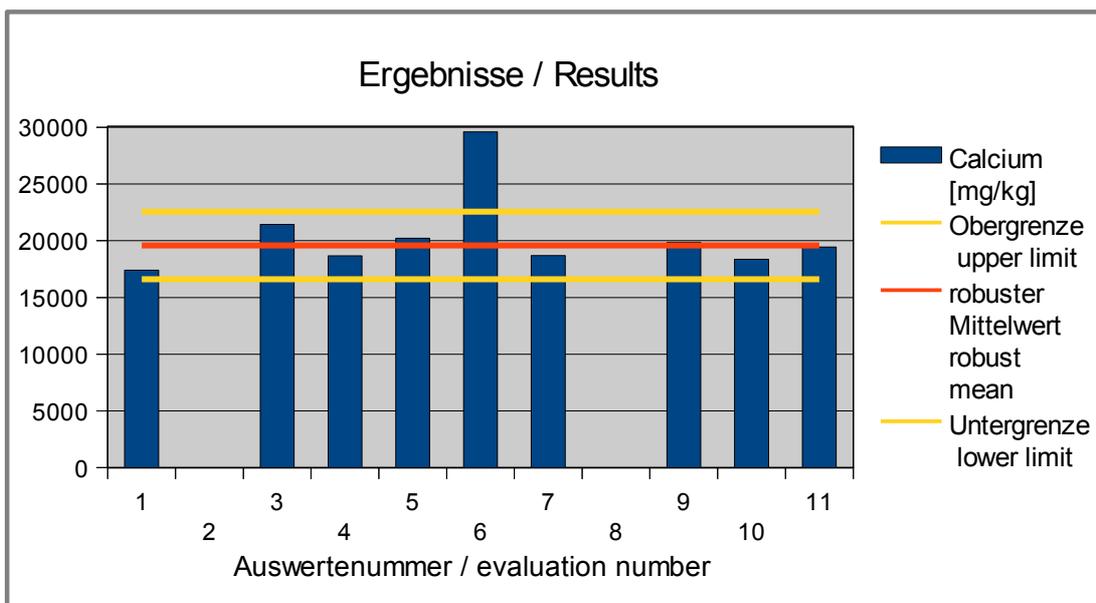


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Calcium / Results Calcium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Calcium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|-----------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                 | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 17394           | -2194              | -1,5                      | -3,1           |         |
| 2                 |                 |                    |                           |                |         |
| 3                 | 21440           | 1852               | 1,2                       | 2,6            |         |
| 4                 | 18679           | -909               | -0,61                     | -1,3           |         |
| 5                 | 20227           | 639                | 0,43                      | 0,90           |         |
| 6                 | 29600           | 10012              | 6,7                       | 14,1           |         |
| 7                 | 18698           | -890               | -0,60                     | -1,3           |         |
| 8                 |                 |                    |                           |                |         |
| 9                 | 19856           | 268                | 0,18                      | 0,38           |         |
| 10                | 18372           | -1216              | -0,82                     | -1,7           |         |
| 11                | 19448           | -140               | -0,09                     | -0,20          |         |



**Abb. / Fig. 8:** z-Scores Parameter Calcium

### 4.5 Cu - Kupfer in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |              |
|--|--------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |              |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 9            |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -            |
| Mittelwert   | 4,90         |
| Median   | 4,82         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>4,86</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,291</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8            |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,0591       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,23%        |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,265        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 5,54%        |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |              |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,613</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 0,517        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>3,64</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>6,09</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,47         |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,121        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 9            |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%         |

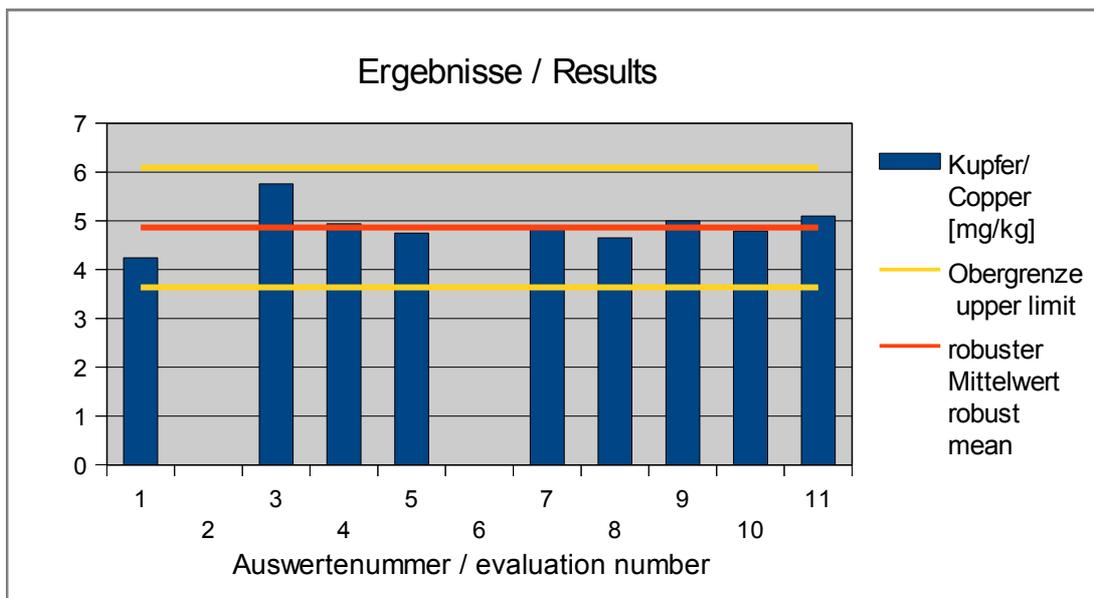
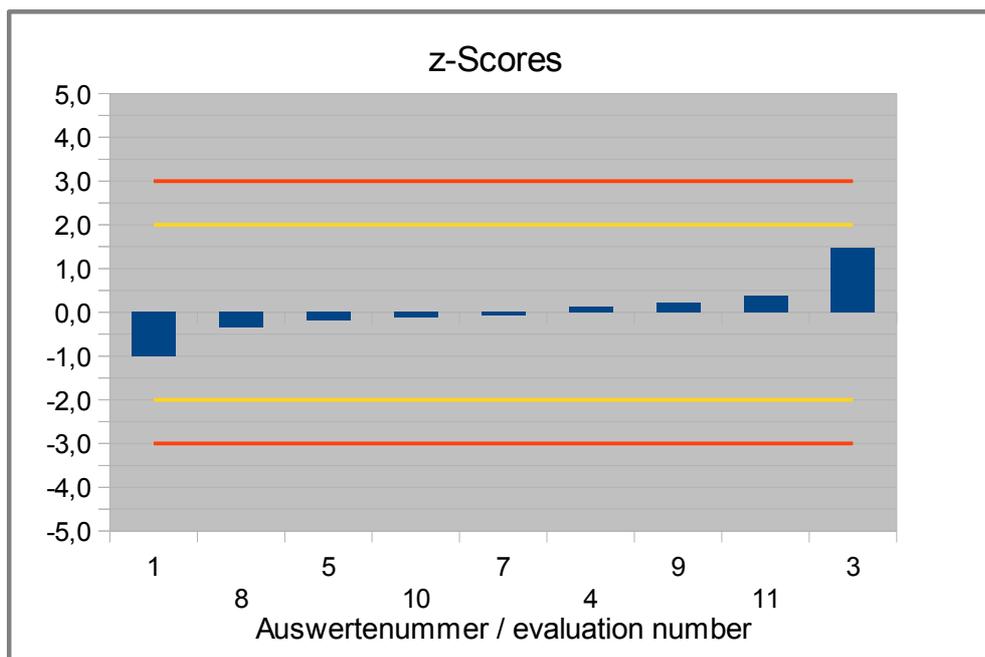


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Kupfer / Results Copper

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Kupfer/ Copper<br>[mg/kg] | Abweichung<br>[mg/kg]<br>Deviation<br>[mg/kg] | z-Score<br>( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|---------------------------|---|------------------------------|-------------------|-------------------|
| 1                                   | 4,25                      | -0,619  | -1,0                         | -1,2              |                   |
| 2                                   |                           |   |                              |                   |                   |
| 3                                   | 5,76                      | 0,896   | 1,5                          | 1,7               |                   |
| 4                                   | 4,94                      | 0,075   | 0,12                         | 0,14              |                   |
| 5                                   | 4,75                      | -0,114  | -0,19                        | -0,22             |                   |
| 6                                   |                           |   |                              |                   |                   |
| 7                                   | 4,82                      | -0,044  | -0,07                        | -0,09             |                   |
| 8                                   | 4,65                      | -0,213  | -0,35                        | -0,41             |                   |
| 9                                   | 5,00                      | 0,136   | 0,22                         | 0,26              |                   |
| 10                                  | 4,79                      | -0,074  | -0,12                        | -0,14             |                   |
| 11                                  | 5,10                      | 0,236   | 0,38                         | 0,46              |                   |



**Abb. / Fig. 10:** z-Scores Kupfer / Copper

### 4.6 Fe - Eisen in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 10          |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 108         |
| Median   | 109         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>108</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>6,65</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 10          |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 2,01        |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,86%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 7,10        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 6,59%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>8,56</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 7,26        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>91,2</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>125</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,78        |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 2,63        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 10          |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%        |

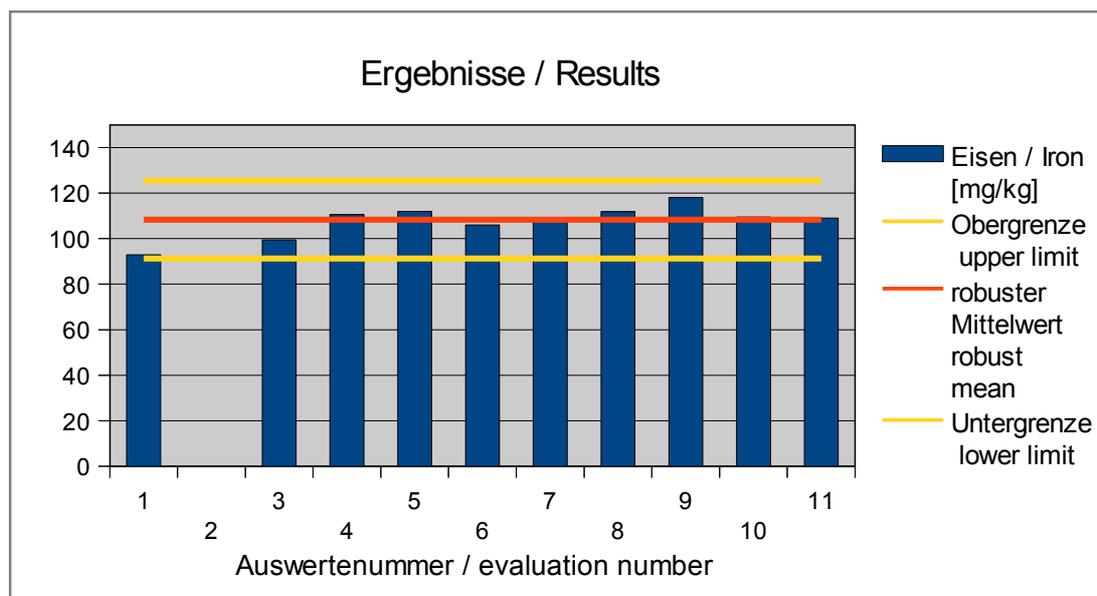
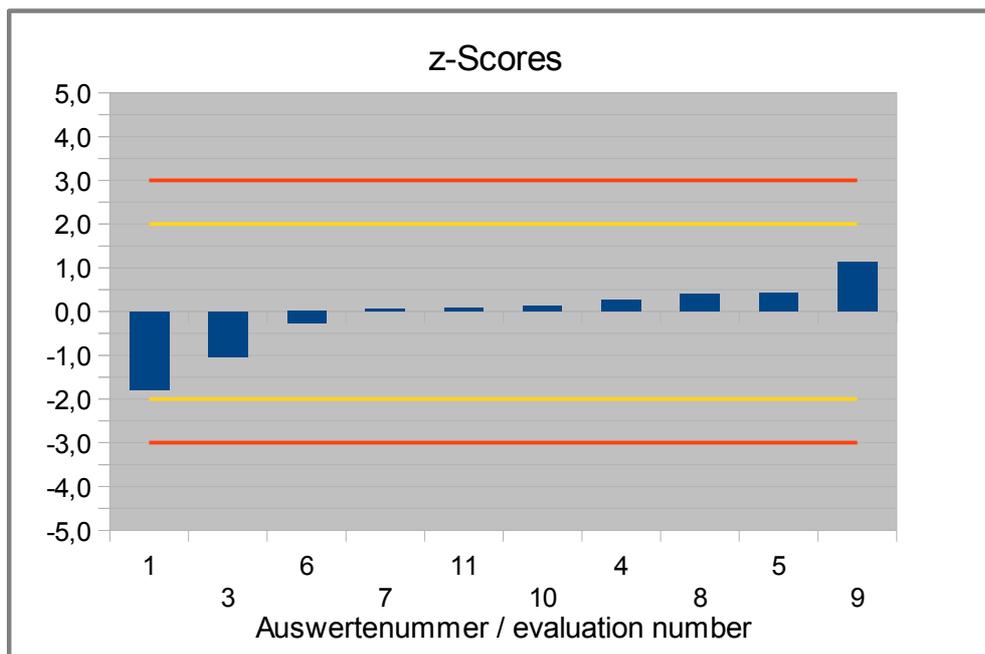


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Eisen / Results Iron

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Eisen / Iron [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|----------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                      | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 92,9                 | -15,42             | -1,8                      | -2,1           |         |
| 2                 |                      |                    |                           |                |         |
| 3                 | 99,4                 | -8,90              | -1,0                      | -1,2           |         |
| 4                 | 111                  | 2,20               | 0,26                      | 0,30           |         |
| 5                 | 112                  | 3,65               | 0,43                      | 0,50           |         |
| 6                 | 106                  | -2,35              | -0,27                     | -0,32          |         |
| 7                 | 109                  | 0,45               | 0,05                      | 0,06           |         |
| 8                 | 112                  | 3,45               | 0,40                      | 0,47           |         |
| 9                 | 118                  | 9,65               | 1,1                       | 1,3            |         |
| 10                | 110                  | 1,19               | 0,14                      | 0,16           |         |
| 11                | 109                  | 0,65               | 0,08                      | 0,09           |         |



**Abb. / Fig. 12:** z-Scores Eisen / Iron

**4.7 I - Iod in mg/kg****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

|  |               |
|--|---------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |               |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 4             |
| Anzahl der Ausreißer                                   |               |
| Mittelwert   | 0,421         |
| Median   | 0,425         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>0,421</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0360</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        |               |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  |               |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       |               |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 |               |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       |               |
| Zielkenndaten:   |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> |               |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               |               |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  |               |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   |               |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             |               |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       |               |
| Ergebnisse im Zielbereich                              |               |
| Prozent im Zielbereich                                 |               |

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

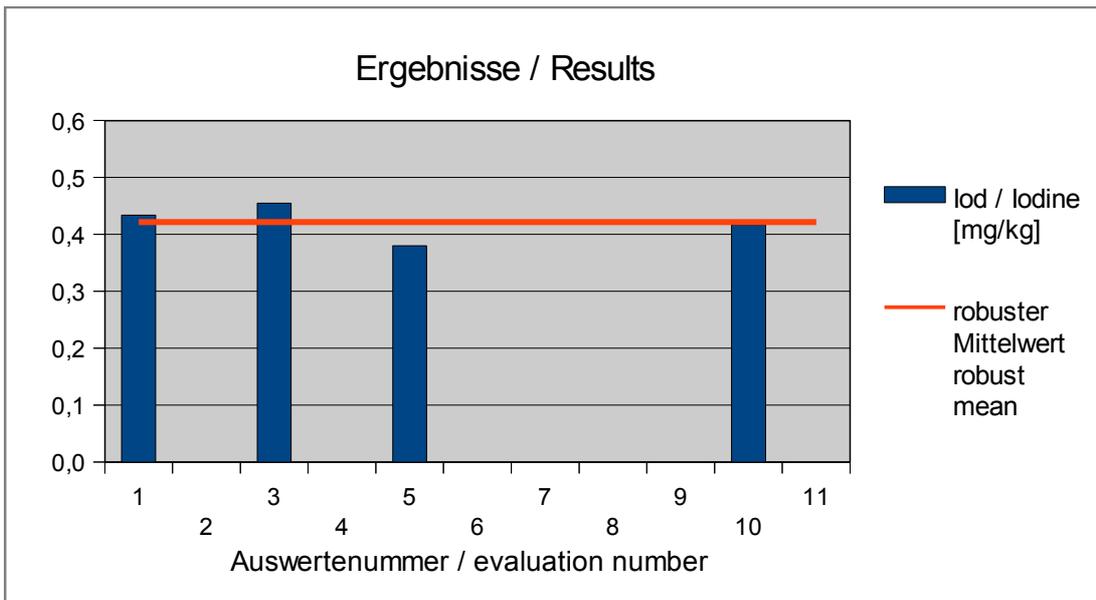


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Iod / Results Iodine

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Iod / Iodine [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | Hinweis |
|-------------------|----------------------|--------------------|-------------------|---------|
| Evaluation number |                      | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | Remark  |
| 1                 | 0,434                | 0,0124             |                   |         |
| 2                 |                      |                    |                   |         |
| 3                 | 0,455                | 0,0335             |                   |         |
| 4                 |                      |                    |                   |         |
| 5                 | 0,380                | -0,0415            |                   |         |
| 6                 |                      |                    |                   |         |
| 7                 |                      |                    |                   |         |
| 8                 |                      |                    |                   |         |
| 9                 |                      |                    |                   |         |
| 10                | 0,417                | -0,0045            |                   |         |
| 11                |                      |                    |                   |         |

### 4.8 K - Kalium in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|   |              |
|---|--------------|
| <b>Kenndaten</b>  |              |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 9            |
| Anzahl der Ausreißer                                    | 0            |
| Mittelwert  | 12496        |
| Median  | 12500        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>        | <b>12420</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>1223</b>  |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                         | 9            |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                   | 164          |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                        | 1,32%        |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                  | 1590         |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                        | 12,7%        |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                   |              |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> | <b>701</b>   |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                | 580          |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>11019</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    | <b>13822</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             | 1,7          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                        | 510          |
| Ergebnisse im Zielbereich                               | 7            |
| Prozent im Zielbereich                                  | 78%          |

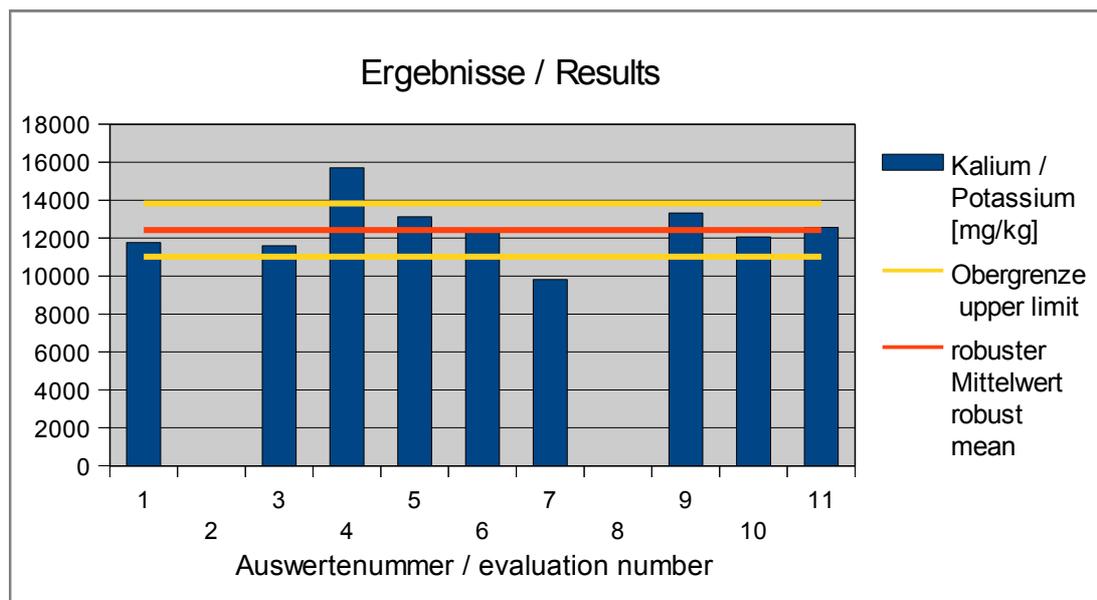


Abb. / Fig. 14: Ergebnisse Kalium / Results Potassium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Kalium / Potassium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z'-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|----------------------------|--------------------|----------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                            | Deviation [mg/kg]  |                            |                | Remark  |
| 1                 | 11765                      | -655               | -0,93                      | -1,1           |         |
| 2                 |                            |                    |                            |                |         |
| 3                 | 11600                      | -820               | -1,2                       | -1,4           |         |
| 4                 | 15707                      | 3286               | 4,7                        | 5,7            |         |
| 5                 | 13130                      | 710                | 1,0                        | 1,2            |         |
| 6                 | 12500                      | 80                 | 0,11                       | 0,14           |         |
| 7                 | 9813                       | -2607              | -3,7                       | -4,5           |         |
| 8                 |                            |                    |                            |                |         |
| 9                 | 13324                      | 904                | 1,3                        | 1,6            |         |
| 10                | 12063                      | -357               | -0,51                      | -0,62          |         |
| 11                | 12560                      | 140                | 0,20                       | 0,24           |         |

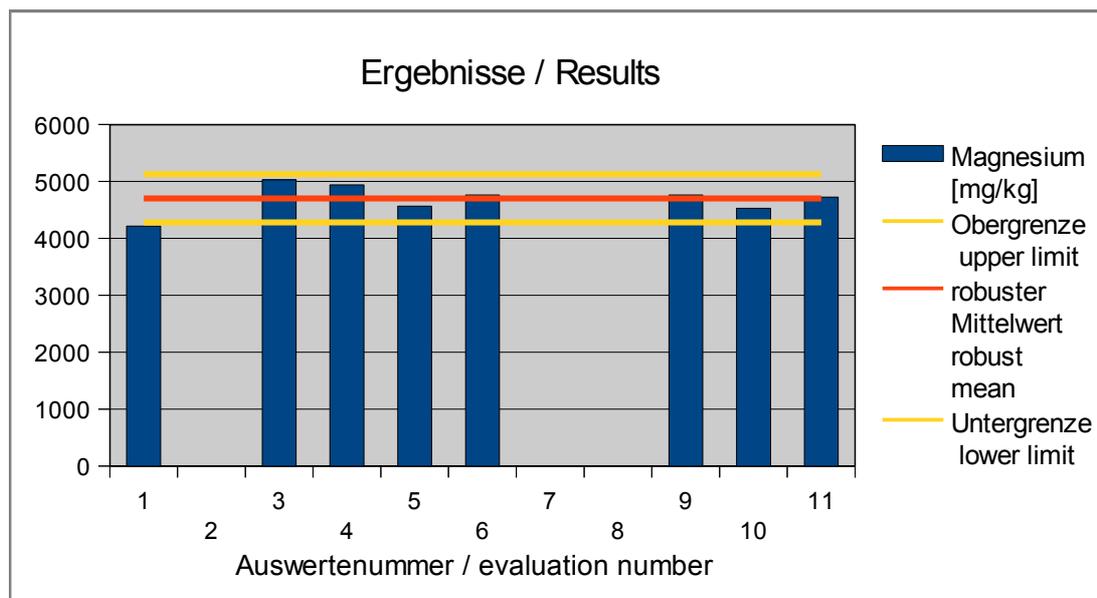


**Abb. / Fig. 15:** z'-Scores Kalium / Potassium

**4.9 Mg - Magnesium in mg/kg**

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 8           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 4691        |
| Median   | 4742        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>4704</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>261</b>  |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 99,0        |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 2,11%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 265         |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 5,65%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>211</b>  |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 330         |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>4282</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>5125</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,2         |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 116         |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 7           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 88%         |

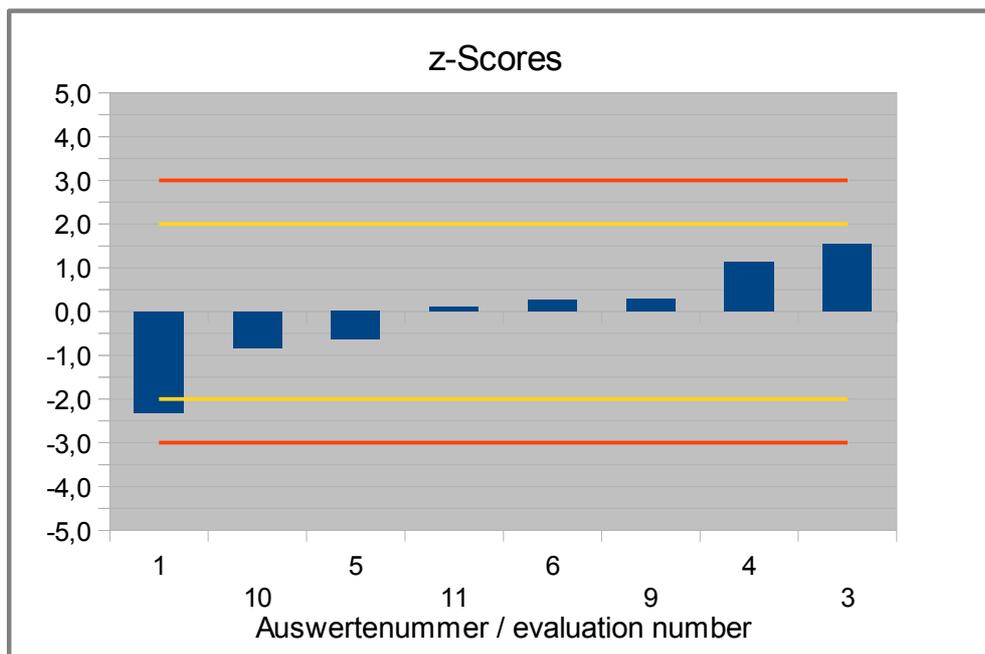


**Abb. / Fig. 16:** Ergebnisse Magnesium / Results Magnesium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Magnesium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | z-Score | Hinweis |
|-------------------|-------------------|--------------------|-------------------|---------|---------|
| Evaluation number |                   | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | (Info)  | Remark  |
| 1                 | 4214              | -490               | -2,3              | -1,5    |         |
| 2                 |                   |                    |                   |         |         |
| 3                 | 5028              | 324                | 1,5               | 1,0     |         |
| 4                 | 4943              | 239                | 1,1               | 0,73    |         |
| 5                 | 4569              | -135               | -0,64             | -0,41   |         |
| 6                 | 4760              | 56                 | 0,27              | 0,17    |         |
| 7                 |                   |                    |                   |         |         |
| 8                 |                   |                    |                   |         |         |
| 9                 | 4765              | 61                 | 0,29              | 0,19    |         |
| 10                | 4529              | -175               | -0,83             | -0,53   |         |
| 11                | 4724              | 20                 | 0,10              | 0,06    |         |



**Abb. / Fig. 17:** z-Scores Magnesium

### 4.10 Mn - Mangan in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 10          |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 61,9        |
| Median   | 61,6        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>61,9</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>4,93</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 10          |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,682       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,10%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 4,37        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 7,05%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>5,32</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 8,23        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>51,3</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>72,6</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,93        |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 1,95        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 10          |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%        |

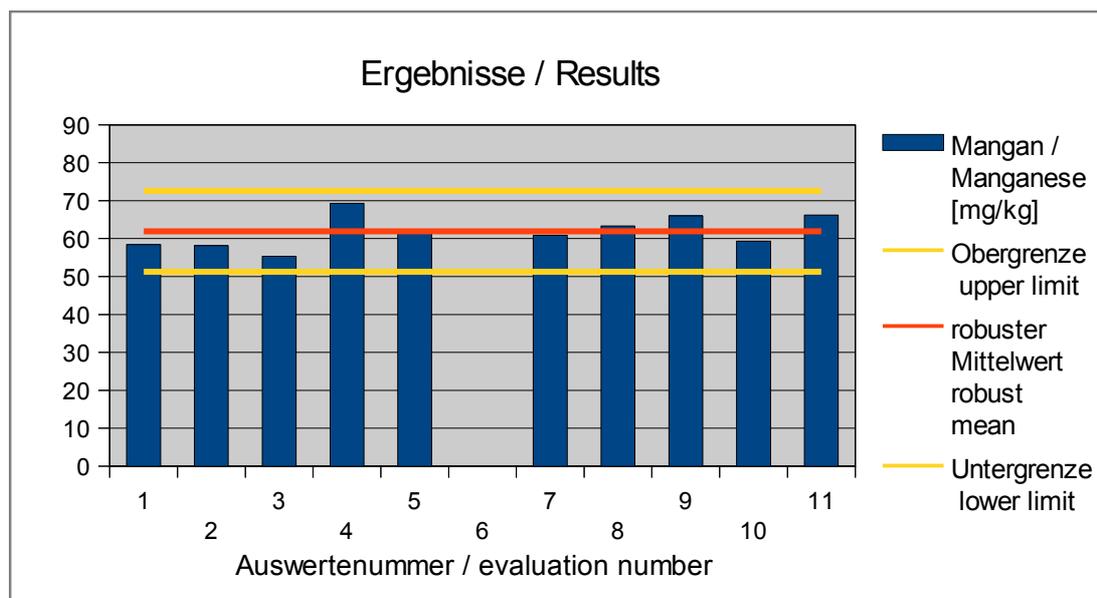
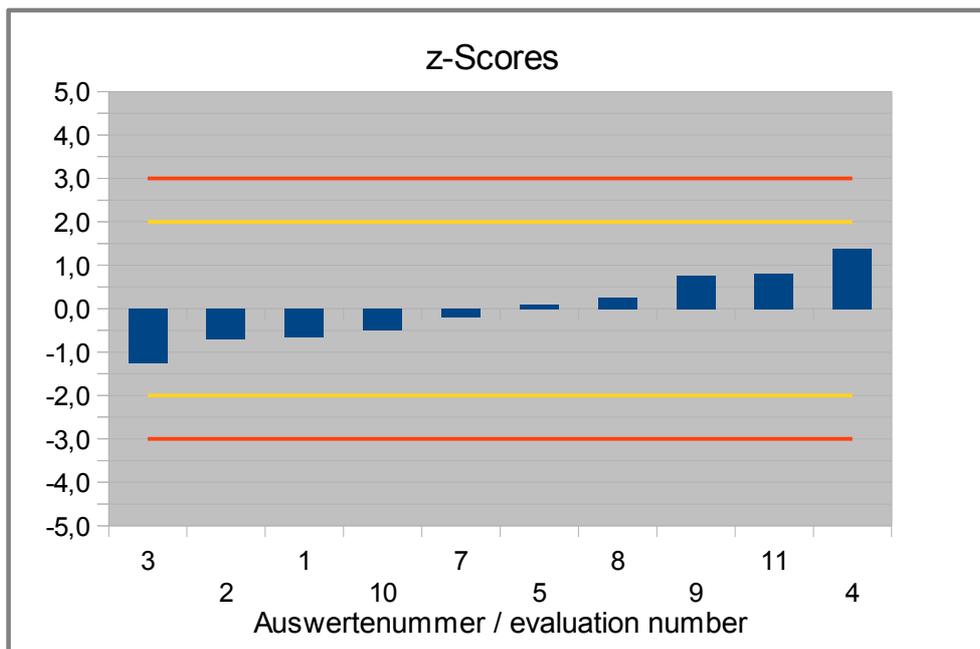


Abb. / Fig. 18: Ergebnisse Mangan / Results Manganese

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Mangan / Manganese [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|----------------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                            | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 58,4                       | -3,56              | -0,67                     | -0,43          |         |
| 2                 | 58,2                       | -3,76              | -0,71                     | -0,46          |         |
| 3                 | 55,3                       | -6,63              | -1,2                      | -0,81          |         |
| 4                 | 69,3                       | 7,36               | 1,4                       | 0,89           |         |
| 5                 | 62,4                       | 0,48               | 0,09                      | 0,06           |         |
| 6                 |                            |                    |                           |                |         |
| 7                 | 60,9                       | -1,04              | -0,20                     | -0,13          |         |
| 8                 | 63,3                       | 1,40               | 0,26                      | 0,17           |         |
| 9                 | 66,0                       | 4,08               | 0,77                      | 0,50           |         |
| 10                | 59,3                       | -2,60              | -0,49                     | -0,32          |         |
| 11                | 66,2                       | 4,28               | 0,80                      | 0,52           |         |



**Abb. / Fig. 19:** z-Scores Mangan / Manganese

### 4.11 Mo - Molybdän in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| Kenndaten  |               |
|--|---------------|
| Anzahl der Messergebnisse                              | 8             |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0             |
| Mittelwert   | 0,447         |
| Median   | 0,451         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>0,449</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0385</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,00521       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,17%         |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,0365        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 8,18%         |
| Zielkenndaten:   |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,0810</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 0,0854        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>0,287</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>0,610</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,48          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,0170        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8             |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%          |

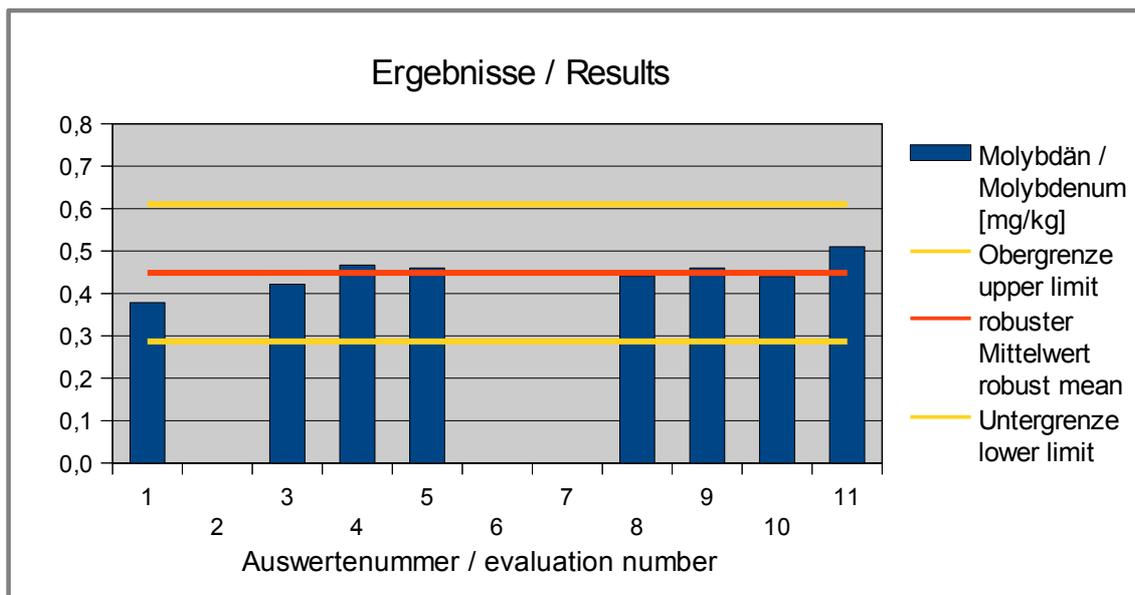
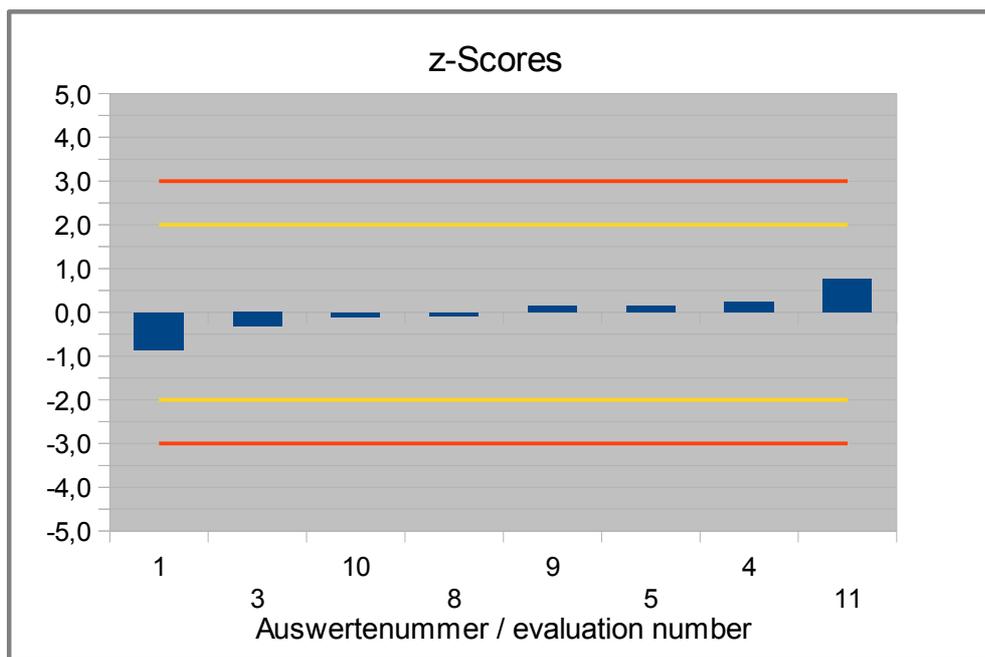


Abb. / Fig. 20: Ergebnisse Molybdän / Results Molybdenum

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

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Molybdän / Molybdenum<br>[mg/kg] | Abweichung<br>[mg/kg]<br>Deviation<br>[mg/kg] | z-Score<br>( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|----------------------------------|---|------------------------------|-------------------|-------------------|
| 1                                   | 0,378                            | -0,0701                                       | -0,87                        | -0,82             |                   |
| 2                                   |                                  |   |                              |                   |                   |
| 3                                   | 0,422                            | -0,0265                                       | -0,33                        | -0,31             |                   |
| 4                                   | 0,467                            | 0,0185  | 0,23                         | 0,22              |                   |
| 5                                   | 0,460                            | 0,0115  | 0,14                         | 0,13              |                   |
| 6                                   |                                  |   |                              |                   |                   |
| 7                                   |                                  |   |                              |                   |                   |
| 8                                   | 0,442                            | -0,0065                                       | -0,08                        | -0,08             |                   |
| 9                                   | 0,460                            | 0,0115  | 0,14                         | 0,13              |                   |
| 10                                  | 0,440                            | -0,0085                                       | -0,10                        | -0,10             |                   |
| 11                                  | 0,510                            | 0,0615  | 0,76                         | 0,72              |                   |



**Abb. / Fig. 21:** z-Scores Molybdän / Molybdenum

### 4.12 Na - Natrium in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 8           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 2475        |
| Median   | 2491        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>       | <b>2478</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>92,0</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 67,2        |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 2,72%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 101         |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 4,08%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>122</b>  |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 103         |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>2234</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>2723</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,75        |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                       | 40,7        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%        |

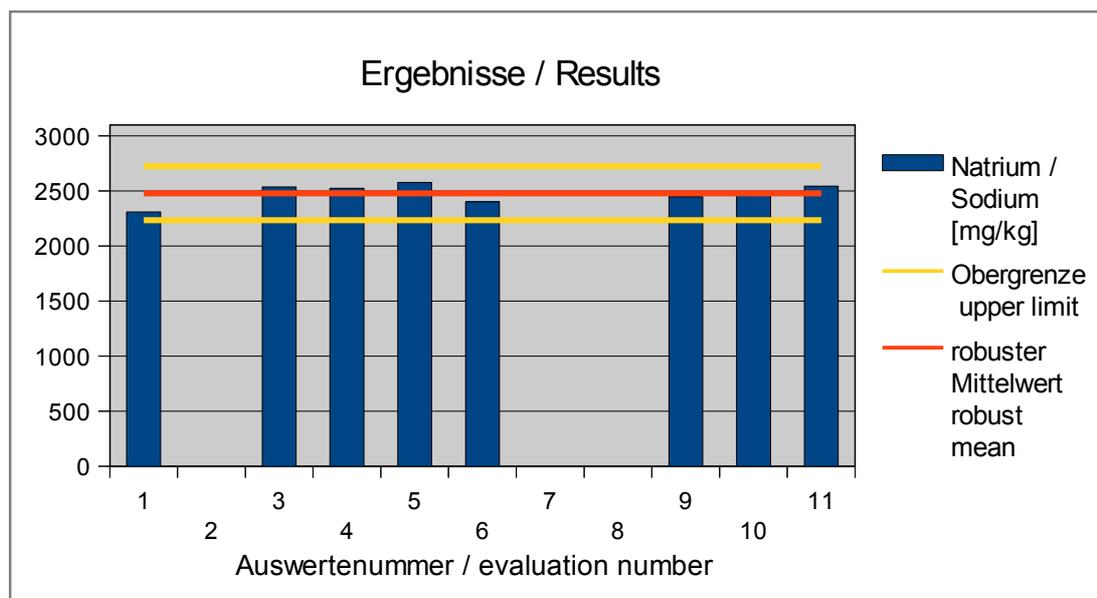
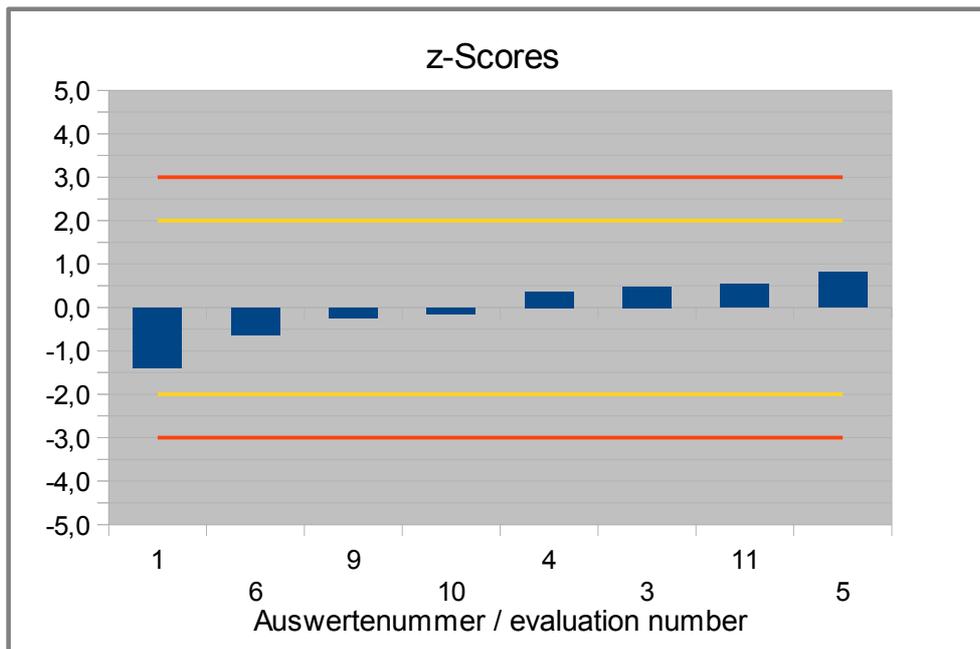


Abb. / Fig. 22: Ergebnisse Natrium / Results Sodium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Natrium / Sodium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|--------------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                          | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 2309                     | -169,0             | -1,4                      | -1,6           |         |
| 2                 |                          |                    |                           |                |         |
| 3                 | 2537                     | 58,6               | 0,48                      | 0,57           |         |
| 4                 | 2523                     | 44,6               | 0,36                      | 0,43           |         |
| 5                 | 2578                     | 99,6               | 0,81                      | 1,0            |         |
| 6                 | 2400                     | -78,4              | -0,64                     | -0,76          |         |
| 7                 |                          |                    |                           |                |         |
| 8                 |                          |                    |                           |                |         |
| 9                 | 2447                     | -31,4              | -0,26                     | -0,31          |         |
| 10                | 2459                     | -19,4              | -0,16                     | -0,19          |         |
| 11                | 2543                     | 64,6               | 0,53                      | 0,63           |         |



**Abb. / Fig. 23:** z-Scores Natrium / Sodium

### 4.13 Ni - Nickel in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| Kenndaten  |              |
|--|--------------|
| Anzahl der Messergebnisse                              | 10           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -            |
| Mittelwert   | 0,811        |
| Median   | 0,689        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>0,709</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,122</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 9            |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,0173       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 2,49%        |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,109        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 15,7%        |
| Zielkenndaten:   |              |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,119</b> |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>0,470</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>0,947</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,0          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,0481       |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8            |
| Prozent im Zielbereich                                 | 80%          |

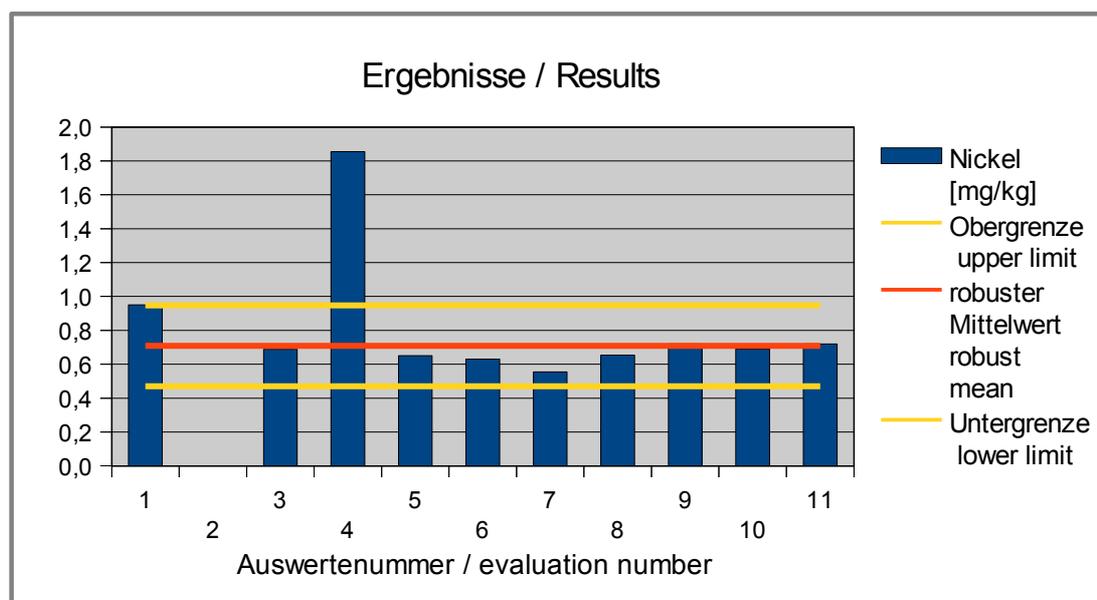
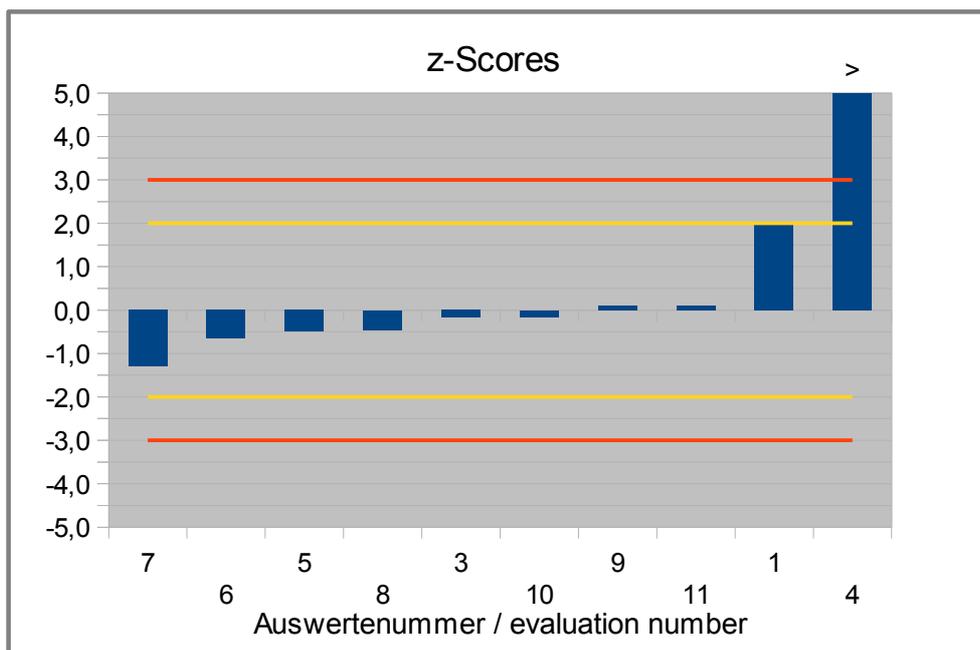


Abb. / Fig. 24: Ergebnisse Nickel / Results Nickel

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

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Nickel [mg/kg] | Abweichung [mg/kg]<br>Deviation [mg/kg] | z-Score<br>( $\sigma_{pt}$ ) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|----------------|---|------------------------------|-------------------|
| 1                                   | 0,950          | 0,242                                   | 2,0                          |                   |
| 2                                   |                |   |                              |                   |
| 3                                   | 0,688          | -0,021                                  | -0,17                        |                   |
| 4                                   | 1,86           | 1,146                                   | 9,6                          |                   |
| 5                                   | 0,650          | -0,059                                  | -0,49                        |                   |
| 6                                   | 0,630          | -0,079                                  | -0,66                        |                   |
| 7                                   | 0,554          | -0,155                                  | -1,3                         |                   |
| 8                                   | 0,654          | -0,055                                  | -0,46                        |                   |
| 9                                   | 0,720          | 0,011                                   | 0,09                         |                   |
| 10                                  | 0,690          | -0,019                                  | -0,16                        |                   |
| 11                                  | 0,720          | 0,011                                   | 0,09                         |                   |



**Abb. / Fig. 25:** z-Scores Nickel

### 4.14 P - Phosphor in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 6           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 2292        |
| Median   | 2310        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>       | <b>2310</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>167</b>  |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 6           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 20,3        |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 0,885%      |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 187         |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 8,17%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>173</b>  |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 115         |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>1965</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>2656</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,0         |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                       | 85,4        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 5           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 83%         |

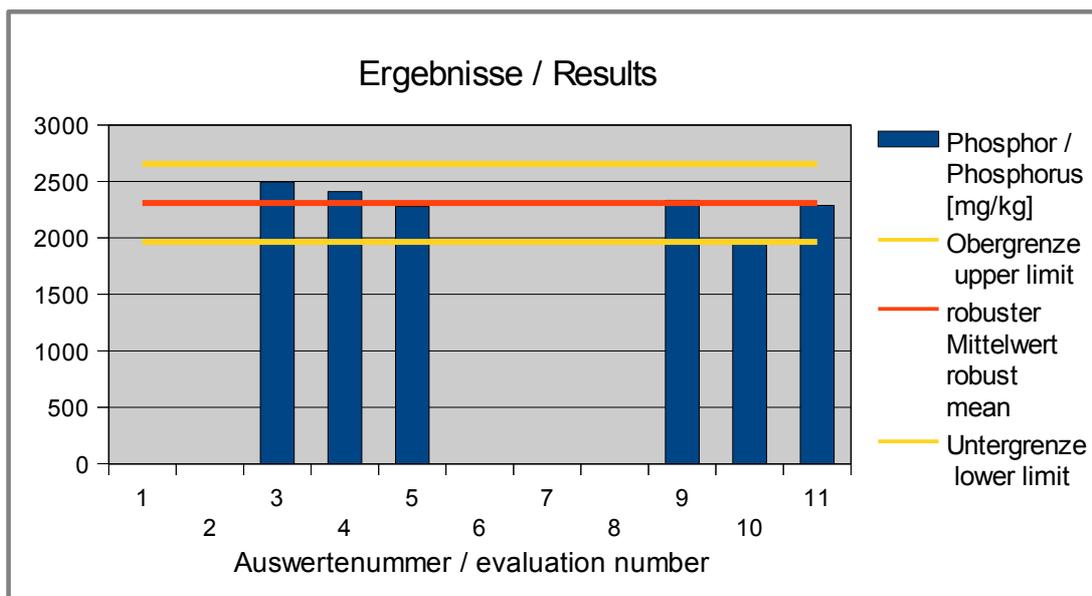
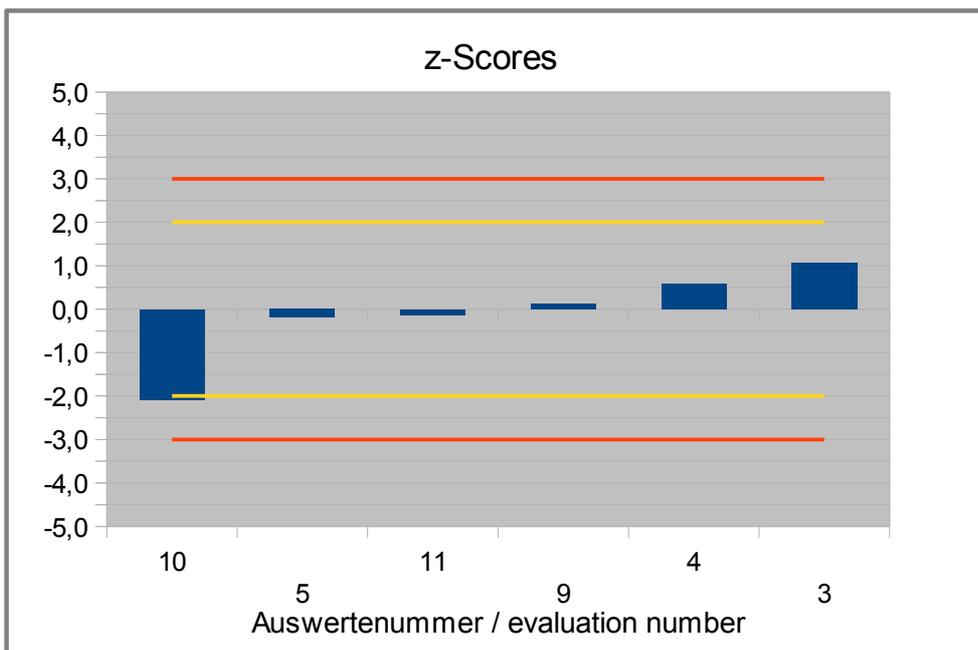


Abb. / Fig. 26: Ergebnisse Phosphor / Results Phosphorus

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Phosphor / Phosphorus [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|-------------------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                               | Deviation [mg/kg]  |                           |                | Remark  |
| 1                 |                               |                    |                           |                |         |
| 2                 |                               |                    |                           |                |         |
| 3                 | 2494                          | 184                | 1,1                       | 1,6            |         |
| 4                 | 2411                          | 101                | 0,58                      | 0,87           |         |
| 5                 | 2278                          | -32                | -0,19                     | -0,28          |         |
| 6                 |                               |                    |                           |                |         |
| 7                 |                               |                    |                           |                |         |
| 8                 |                               |                    |                           |                |         |
| 9                 | 2333                          | 23                 | 0,13                      | 0,20           |         |
| 10                | 1949                          | -361               | -2,1                      | -3,1           |         |
| 11                | 2287                          | -23                | -0,14                     | -0,20          |         |



**Abb. / Fig. 27:** z-Scores Phosphor / Phosphorus

### 4.15 Pb - Blei in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |               |
|--|---------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |               |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 9             |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -             |
| Mittelwert   | 0,247         |
| Median   | 0,251         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>       | <b>0,258</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0288</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,00412       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,57%         |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,0209        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 7,95%         |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,0506</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 0,0185        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>0,157</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>0,359</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,57          |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                       | 0,0120        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8             |
| Prozent im Zielbereich                                 | 89%           |

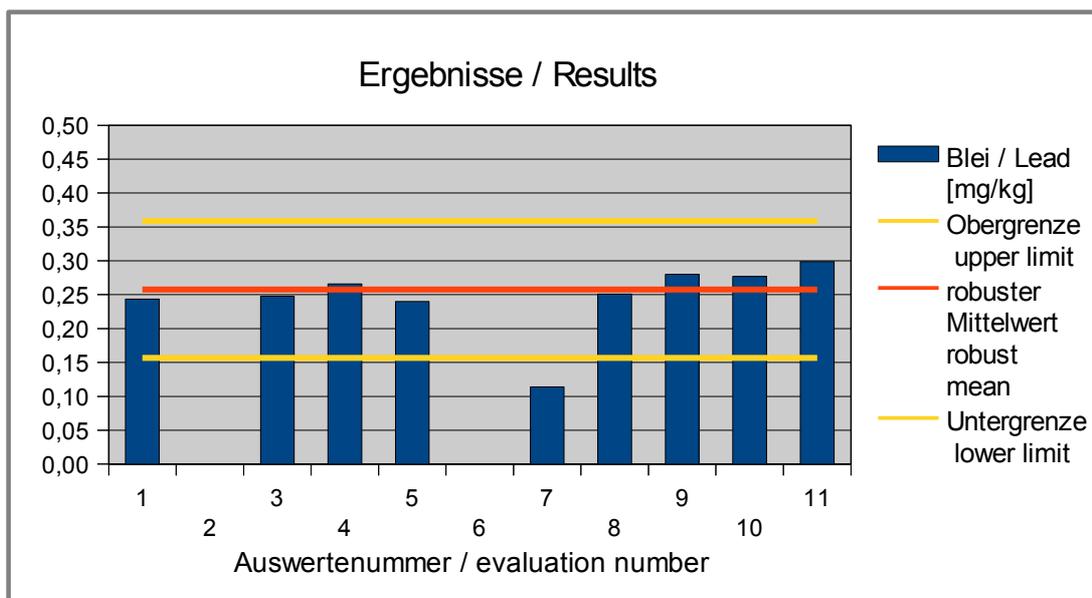
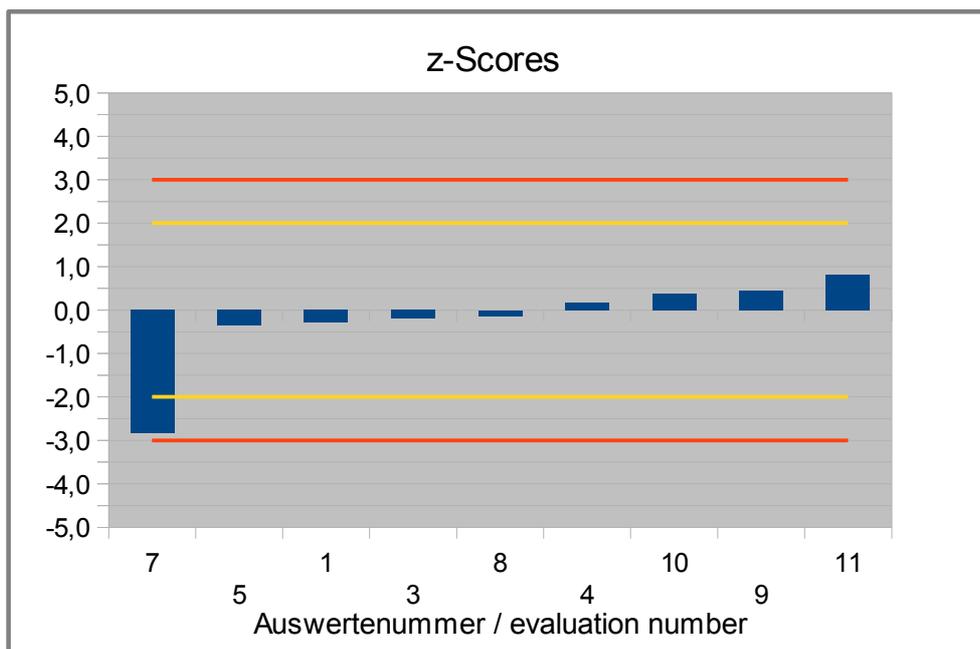


Abb. / Fig. 28: Ergebnisse Blei / Results Lead

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Blei / Lead [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|---------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                     | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 0,244               | -0,0140            | -0,28                     | -0,76          |         |
| 2                 |                     |                    |                           |                |         |
| 3                 | 0,248               | -0,0097            | -0,19                     | -0,52          |         |
| 4                 | 0,266               | 0,0083             | 0,16                      | 0,45           |         |
| 5                 | 0,240               | -0,0177            | -0,35                     | -1,0           |         |
| 6                 | < 0,04              |                    |                           |                |         |
| 7                 | 0,114               | -0,1437            | -2,8                      | -7,8           |         |
| 8                 | 0,251               | -0,0067            | -0,13                     | -0,36          |         |
| 9                 | 0,280               | 0,0223             | 0,44                      | 1,2            |         |
| 10                | 0,277               | 0,0193             | 0,38                      | 1,0            |         |
| 11                | 0,299               | 0,0413             | 0,82                      | 2,2            |         |



**Abb. / Fig. 29:** z-Scores Blei / Lead

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

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 4           |
| Anzahl der Ausreißer                                   |             |
| Mittelwert   | 18,1        |
| Median   | 17,5        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>\bar{x}_{pt}</math>)</b> | <b>18,1</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>1,57</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        |             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  |             |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       |             |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 |             |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       |             |
| Zielkenndaten:   |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> |             |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               |             |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  |             |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   |             |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             |             |
| Standardunsicherheit $U(\bar{x}_{pt})$                 |             |
| Ergebnisse im Zielbereich                              |             |
| Prozent im Zielbereich                                 |             |

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

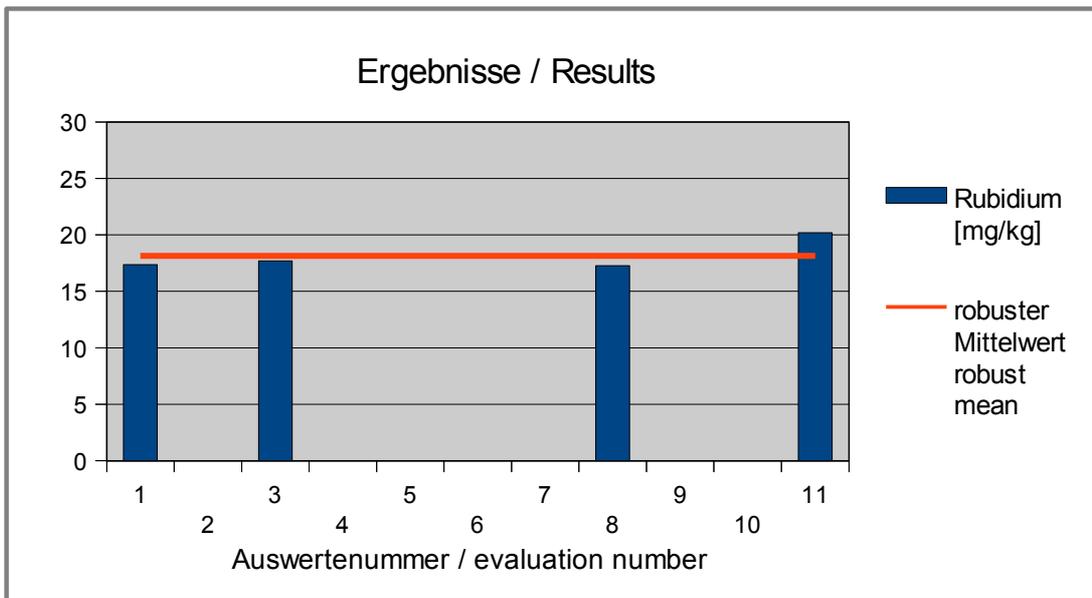


Abb. / Fig. 30: Ergebnisse Rubidium / Results Rubidium

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

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Rubidium<br>[mg/kg] | Abweichung<br>[mg/kg]<br>Deviation<br>[mg/kg] | z-Score<br>( $\sigma_{pt}$ ) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|---------------------|---|------------------------------|-------------------|
| 1                                   | 17,4                | -0,76   |                              |                   |
| 2                                   |                     |   |                              |                   |
| 3                                   | 17,7                | -0,44   |                              |                   |
| 4                                   |                     |   |                              |                   |
| 5                                   |                     |   |                              |                   |
| 6                                   |                     |   |                              |                   |
| 7                                   |                     |   |                              |                   |
| 8                                   | 17,3                | -0,87   |                              |                   |
| 9                                   |                     |   |                              |                   |
| 10                                  |                     |   |                              |                   |
| 11                                  | 20,2                | 2,06  |                              |                   |

### 4.17 Se - Selen in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |               |
|--|---------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |               |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 8             |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0             |
| Mittelwert   | 0,578         |
| Median   | 0,560         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>0,578</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0961</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 8             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,00954       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,65%         |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,0849        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 14,7%         |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,100</b>  |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 0,0675        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>0,377</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>0,779</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,96          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,0425        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8             |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%          |

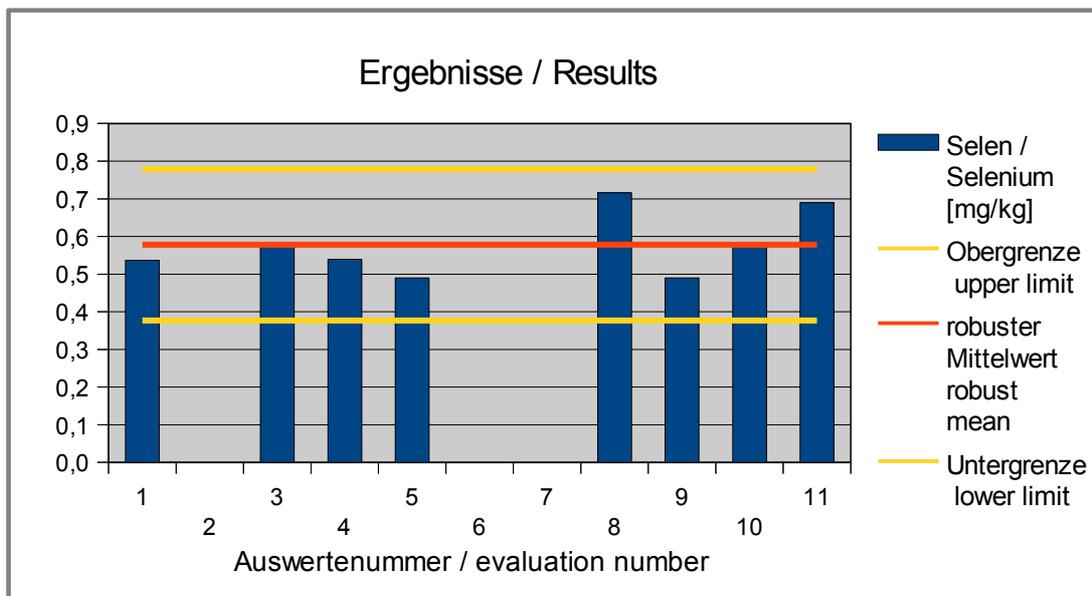


Abb. / Fig. 31: Ergebnisse Selen / Results Selenium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Selen / Selenium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|--------------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                          | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 0,537                    | -0,0412            | -0,41                     | -0,61          |         |
| 2                 |                          |                    |                           |                |         |
| 3                 | 0,582                    | 0,0040             | 0,04                      | 0,06           |         |
| 4                 | 0,539                    | -0,0390            | -0,39                     | -0,58          |         |
| 5                 | 0,490                    | -0,0880            | -0,88                     | -1,3           |         |
| 6                 |                          |                    |                           |                |         |
| 7                 |                          |                    |                           |                |         |
| 8                 | 0,716                    | 0,1380             | 1,4                       | 2,0            |         |
| 9                 | 0,490                    | -0,0880            | -0,88                     | -1,3           |         |
| 10                | 0,580                    | 0,0020             | 0,02                      | 0,03           |         |
| 11                | 0,690                    | 0,1120             | 1,1                       | 1,7            |         |



**Abb. / Fig. 32:** z-Scores Selen / Selenium

### 4.18 Sn - Zinn in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| Kenndaten  |               |
|--|---------------|
| Anzahl der Messergebnisse                              | 6             |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0             |
| Mittelwert   | 1,52          |
| Median   | 1,52          |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>1,52</b>   |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0731</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 6             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_x$ )                  | 0,0885        |
| Variationskoeffizient ( $VK_x$ )                       | 5,86%         |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,0921        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 6,09%         |
| Zielkenndaten:   |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,229</b>  |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>1,06</b>   |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>1,98</b>   |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,32          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,0373        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 6             |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%          |

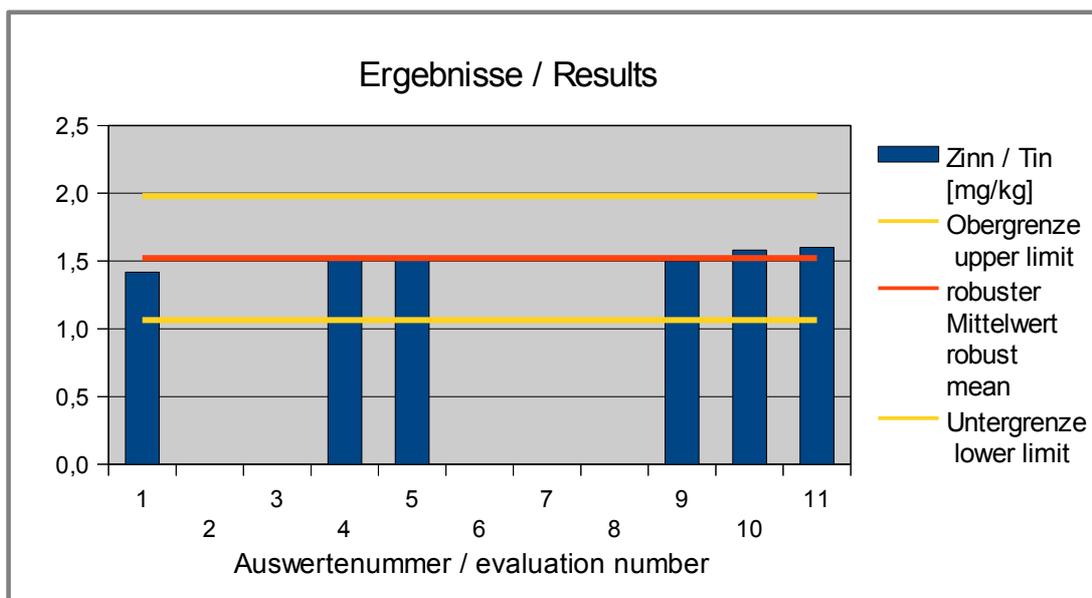
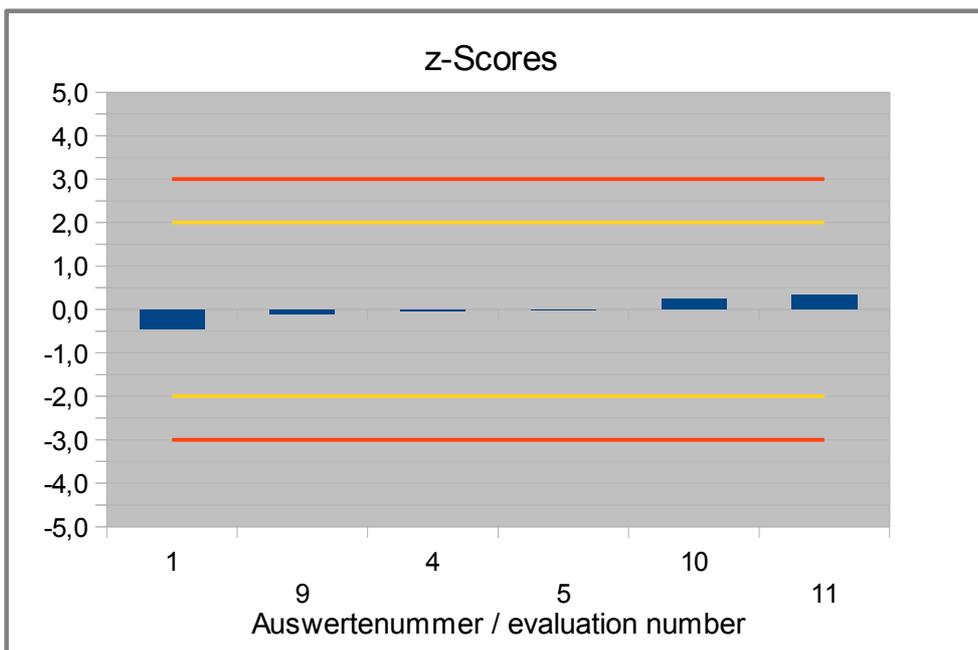


Abb. / Fig. 33: Ergebnisse Zinn / Tin

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Zinn / Tin [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | Hinweis |
|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|---------|
| Evaluation number |                    | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | Remark  |
| 1                 | 1,42               | -0,1041            | -0,46             |         |
| 2                 |                    |                    |                   |         |
| 3                 |                    |                    |                   |         |
| 4                 | 1,52               | -0,0072            | -0,03             |         |
| 5                 | 1,52               | -0,0022            | -0,01             |         |
| 6                 |                    |                    |                   |         |
| 7                 |                    |                    |                   |         |
| 8                 |                    |                    |                   |         |
| 9                 | 1,50               | -0,0222            | -0,10             |         |
| 10                | 1,58               | 0,0578             | 0,25              |         |
| 11                | 1,60               | 0,0778             | 0,34              |         |



**Abb. / Fig. 34:** z-Scores Zinn / Tin

### 4.19 U - Uran in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| Kenndaten  |               |
|--|---------------|
| Anzahl der Messergebnisse                              | 6             |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0             |
| Mittelwert   | 0,300         |
| Median   | 0,291         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>\bar{x}_{pt}</math>)</b> | <b>0,300</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>0,0310</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 6             |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,00549       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,83%         |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 0,0263        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 8,78%         |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |               |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>0,0576</b> |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>0,185</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>0,416</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 0,54          |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,0158        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 6             |
| Prozent im Zielbereich                                 | 100%          |

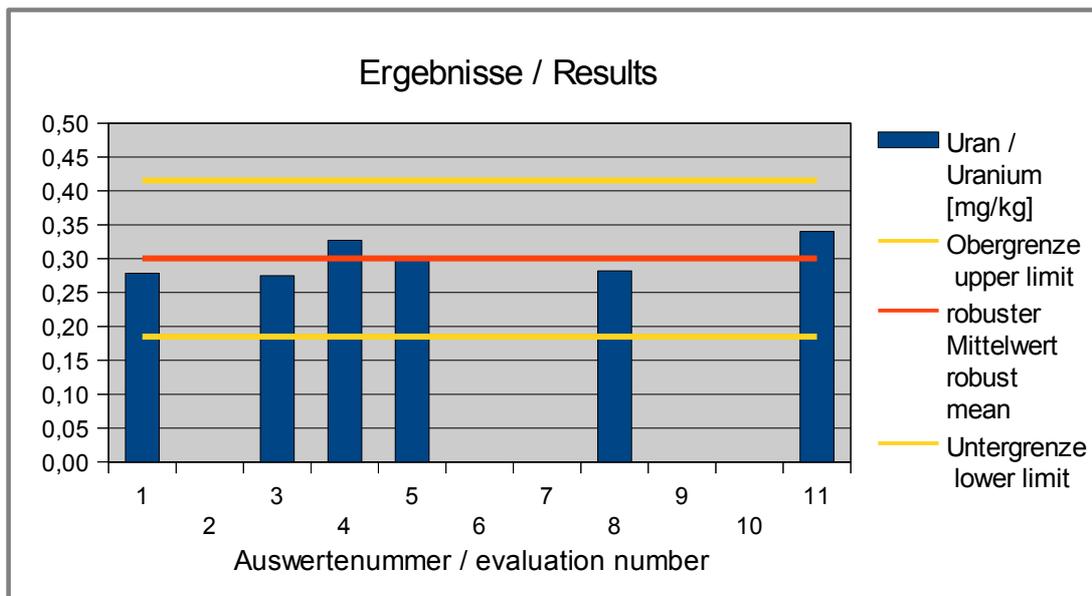
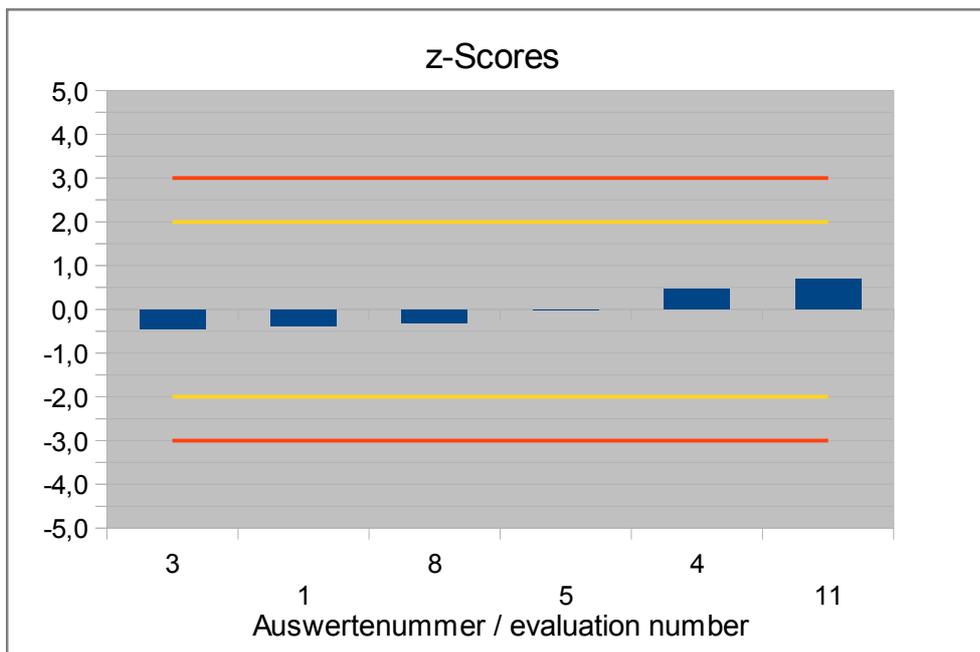


Abb. / Fig. 35: Ergebnisse Uran / Results Uranium

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Uran / Uranium [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score           | Hinweis |
|-------------------|------------------------|--------------------|-------------------|---------|
| Evaluation number |                        | Deviation [mg/kg]  | ( $\sigma_{pt}$ ) | Remark  |
| 1                 | 0,278                  | -0,0219            | -0,38             |         |
| 2                 |                        |                    |                   |         |
| 3                 | 0,275                  | -0,0254            | -0,44             |         |
| 4                 | 0,327                  | 0,0266             | 0,46              |         |
| 5                 | 0,300                  | -0,0004            | -0,01             |         |
| 6                 |                        |                    |                   |         |
| 7                 |                        |                    |                   |         |
| 8                 | 0,282                  | -0,0184            | -0,32             |         |
| 9                 |                        |                    |                   |         |
| 10                |                        |                    |                   |         |
| 11                | 0,340                  | 0,0396             | 0,69              |         |



**Abb. / Fig. 36:** z-Scores Uran / Uranium

### 4.20 Zn - Zink in mg/kg

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 9           |
| Anzahl der Ausreißer                                   | 0           |
| Mittelwert   | 14,5        |
| Median   | 14,2        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>14,5</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>2,19</b> |
| Anzahl mit 2 Wiederholmessungen                        | 9           |
| Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )                  | 0,280       |
| Variationskoeffizient ( $VK_r$ )                       | 1,94%       |
| Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )                 | 1,99        |
| Variationskoeffizient ( $VK_R$ )                       | 13,7%       |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>1,55</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 0,961       |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>11,4</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>17,6</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,4         |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 0,914       |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 8           |
| Prozent im Zielbereich                                 | 89%         |

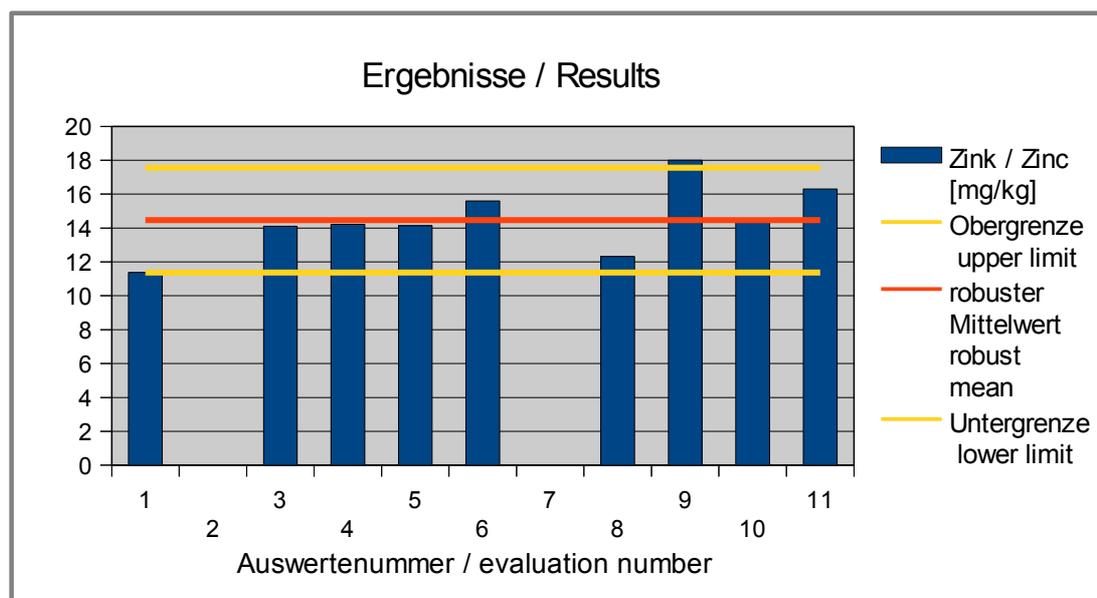
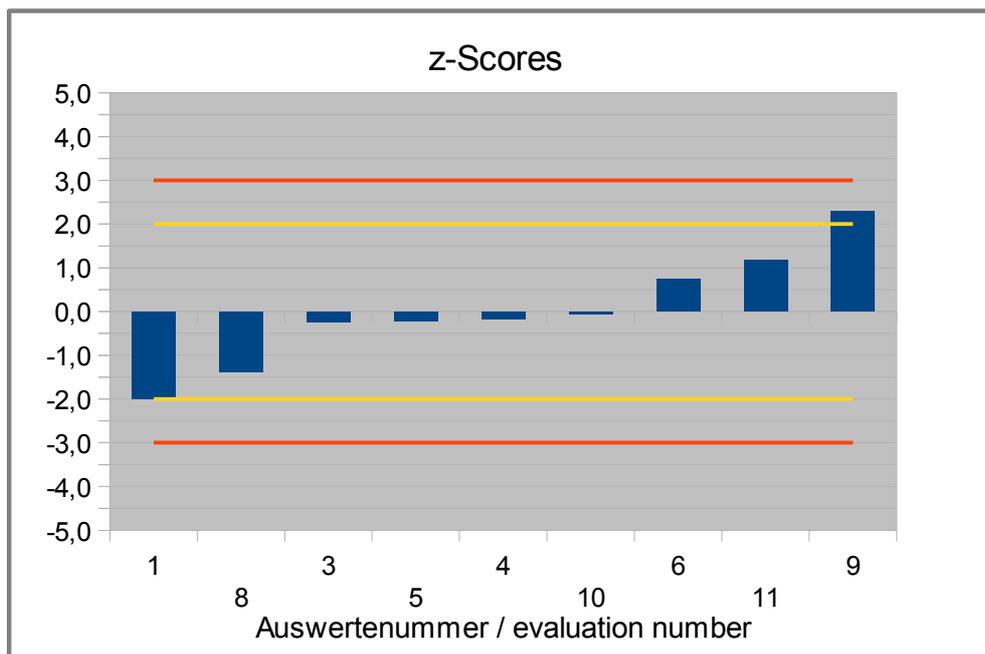


Abb. / Fig. 37: Ergebnisse Zink / Results Zinc

**Ergebnisse der Teilnehmer:**

**Results of Participants:**

| Auswertenummer    | Zink / Zinc [mg/kg] | Abweichung [mg/kg] | z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|---------------------|--------------------|---------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                     | Deviation [mg/kg]  |                           | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 11,4                | -3,09              | -2,0                      | -3,2           |         |
| 2                 |                     |                    |                           |                |         |
| 3                 | 14,1                | -0,36              | -0,23                     | -0,37          |         |
| 4                 | 14,2                | -0,26              | -0,17                     | -0,27          |         |
| 5                 | 14,1                | -0,33              | -0,21                     | -0,34          |         |
| 6                 | 15,6                | 1,13               | 0,73                      | 1,2            |         |
| 7                 |                     |                    |                           |                |         |
| 8                 | 12,3                | -2,15              | -1,4                      | -2,2           |         |
| 9                 | 18,0                | 3,53               | 2,3                       | 3,7            |         |
| 10                | 14,4                | -0,07              | -0,04                     | -0,07          |         |
| 11                | 16,3                | 1,83               | 1,2                       | 1,9            |         |



**Abb. / Fig. 38:** z-Scores Zink / Zinc

## 5. Dokumentation

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

### 5.1 Angaben der Teilnehmer

#### 5.1.1 Primärdaten

| Parameter    | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|--------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|              |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Al-Aluminium | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 27,8487727062            | 27,930833           | 27,766713            | 0,05                   | nein                          | 99                      |
|              | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|              | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 15.05.19             | 39,71                    | 38,71               | 40,71                | 0,5                    | nein                          |                         |
|              | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 44,483                   | 44,717              | 44,249               | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|              | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 46,3                     | 46,46               | 46,13                | <5,00                  | nein                          |                         |
|              | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|              | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 47,8                     | 46,4                | 49,2                 | 0,3                    | nein                          |                         |
|              | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 39,63                    | 40,84               | 38,41                | 1,3 µg/L               | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|              | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 50                       | 48                  | 51                   | 5                      | nein                          | -                       |
|              | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 03.05.19             | 45,98                    | 45,65               | 46,31                | 3                      | nein                          | n.a.                    |
|              | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8.05                 | 48,6                     | 48,9                | 48,4                 | 1                      | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| B-Bor     | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 26,7786429365            | 26,657362           | 26,899924            | 0,05                   | nein                          | 95                      |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 30,91                    | 30,89               | 30,92                | 10                     | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 30,379                   | 30,238              | 30,519               | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 33,2                     | 33,03               | 33,37                | <1,5                   | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 32,45                    | 33,20               | 31,69                | 9,1 µg/L               | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 31                       | 31                  | 31                   | 10                     | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | nicht<br>untersucht  | n.a.                     | n.a.                | n.a.                 | n.a.                   | n.a.                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 35,3                     | 35,4                | 35,3                 | 0,5                    | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Ba-Barium | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 71,9513309676            | 72,060362           | 71,8423              | 0,01                   | nein                          | 100                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 66,94                    | 67,006667           | 66,866667            | 10                     | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 71,932                   | 71,911              | 71,952               | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 68,85                    | 69,2                | 68,5                 | < 0,50                 | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 71,72                    | 71,05               | 72,39                | 0,091 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 72                       | 72                  | 71                   | 0,05                   | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 08.05.19             | 73,11                    | 72,5                | 73,72                | 0,09                   | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 72,8                     | 73,1                | 72,6                 | 0,2                    | nein                          | -                       |

| Parameter  | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|            |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Ca-Calcium | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 17394,2895241329         | 17477,806           | 17310,773            | 5                      | nein                          | 100                     |
|            | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 21440                    | 21106,667           | 21780                | 50                     | nein                          |                         |
|            | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 18679,208                | 18764,352           | 18594,064            | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|            | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 20227                    | 20240               | 20213                | <50                    | nein                          |                         |
|            | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  | 24.04.               | 29600                    | 29900               | 29300                | 30                     | nein                          |                         |
|            | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 18698                    | 18594               | 18801                | 30                     | nein                          |                         |
|            | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 19856                    | 20038               | 19674                | 10                     | nein                          | -                       |
|            | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 10.05.19             | 18372                    | 18389               | 18354                | 18                     | nein                          | n.a.                    |
|            | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 19448                    | 19539               | 19356                | 0,1                    | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Cu-Kupfer | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 4,2455725255             | 4,2588029           | 4,2323421            | 0,01                   | nein                          | 105                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 5,76                     | 5,805804            | 5,7122323            | 1                      | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 4,939                    | 4,951               | 4,928                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 4,75                     | 4,78                | 4,73                 | <0,50                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 4,82                     | 4,72                | 4,92                 | 0,06                   | nein                          |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 4,651                    | 4,682               | 4,619                | 0,038 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 5                        | 5                   | 5                    | 0,5                    | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 06.05.19             | 4,79                     | 4,83                | 4,74                 | 0,06                   | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 5,1                      | 5,1                 | 5,1                  | 0,3                    | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I DLA Nr. | Probe II DLA Nr. | Datum der Analyse | Ergebnis (Mittelwert) | Ergebnis Probe I | Ergebnis Probe II | Bestimmungsgrenze | Angabe inkl. Wiederfindung | Wiederfindungsrate |
|-----------|------------|---------|-----------------|------------------|-------------------|-----------------------|------------------|-------------------|-------------------|----------------------------|--------------------|
|           |            |         |                 |                  | Tag/Monat         |                       |                  |                   |                   | ja / nein                  | in %               |
| Fe-Eisen  | 1          | mg/kg   | 18              | 54               | 10. Apr           | 92,9308391649         | 94,338237        | 91,523441         | 0,2               | nein                       | 99                 |
|           | 2          | mg/kg   | 29              | 43               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 3          | mg/kg   | 23              | 49               | 25.04.19          | 99,4483333333         | 99,406667        | 99,49             | 5                 | nein                       |                    |
|           | 4          | mg/kg   | 13              | 59               | 09.05.19          | 110,555               | 109,622          | 111,487           | keine             | ja                         | 80-120             |
|           | 5          | mg/kg   | 33              | 39               |                   | 112                   | 112              | 112               | <0,50             | nein                       |                    |
|           | 6          | mg/kg   | 22              | 50               | 23.05.            | 106                   | 110              | 102               | 20                | nein                       |                    |
|           | 7          | mg/kg   | 40              | 47               | 06.05.19          | 108,8                 | 108,6            | 109               | 0,6               | nein                       |                    |
|           | 8          | mg/kg   | 34              | 38               | 18.4.             | 111,8                 | 112,4            | 111,1             | 0,11 µg/L         | nein                       | nicht durchgeführt |
|           | 9          | mg/kg   | 17              | 55               | 14.05.19          | 118                   | 118              | 117               | 0,5               | nein                       | -                  |
|           | 10         | mg/kg   | 12              | 60               | 06.05.19          | 109,54                | 110,17           | 108,92            | 3                 | nein                       | n.a.               |
|           | 11         | mg/kg   | 11              | 61               | 8,05              | 109                   | 110              | 109               | 0,3               | nein                       | -                  |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I DLA Nr. | Probe II DLA Nr. | Datum der Analyse | Ergebnis (Mittelwert) | Ergebnis Probe I | Ergebnis Probe II | Bestimmungsgrenze | Angabe inkl. Wiederfindung | Wiederfindungsrate |
|-----------|------------|---------|-----------------|------------------|-------------------|-----------------------|------------------|-------------------|-------------------|----------------------------|--------------------|
|           |            |         |                 |                  | Tag/Monat         |                       |                  |                   |                   | ja / nein                  | in %               |
| I-Iod     | 1          | mg/kg   | 18              | 54               | 10. Apr           | 0,4338730434          | 0,4098235        | 0,4579226         | 0,05              | nein                       | 100                |
|           | 2          | mg/kg   | 29              | 43               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 3          | mg/kg   | 23              | 49               | 23.05.19          | 0,455                 | 0,4694           | 0,44145           | 0,2               | nein                       |                    |
|           | 4          | mg/kg   | 13              | 59               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 5          | mg/kg   | 33              | 39               |                   | 0,38                  | 0,38             | 0,38              | <0,10             | nein                       |                    |
|           | 6          | mg/kg   | 22              | 50               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 7          | mg/kg   | 40              | 47               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 8          | mg/kg   | 34              | 38               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 9          | mg/kg   | 17              | 55               | -                 | -                     | -                | -                 | -                 | -                          | -                  |
|           | 10         | mg/kg   | 12              | 60               | 06.05.19          | 0,417                 | 0,415            | 0,419             | 0,1               | nein                       | n.a.               |
|           | 11         | mg/kg   | 11              | 61               | 8,05              | < 5,0                 | < 5,0            | < 5,0             | 5                 | nein                       | -                  |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| K-Kalium  | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 11765,2377703359         | 11816,187           | 11714,288            | 20                     | nein                          | 95                      |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 11600                    | 11626,667           | 11576,667            | 20                     | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 15706,748                | 15523,118           | 15890,379            | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 13130                    | 13120               | 13140                | <50                    | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  | 24.04.               | 12500                    | 12700               | 12300                | 30                     | nein                          |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 29.04.19             | 9813                     | 9669                | 9957                 | 300                    | nein                          |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 13324                    | 13467               | 13181                | 20                     | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 10.05.19             | 12063                    | 12005               | 12122                | 18                     | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 12560                    | 12554               | 12566                | 10                     | nein                          | -                       |

| Parameter        | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|------------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|                  |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Mg-<br>Magnesium | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 4214,0717905739          | 4240,409            | 4187,7346            | 0,1                    | nein                          | 95                      |
|                  | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|                  | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 5028                     | 4922,6667           | 5132,3333            | 20                     | nein                          |                         |
|                  | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 4942,714                 | 4829,875            | 5055,552             | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|                  | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 4569                     | 4556                | 4582                 | <50                    | nein                          |                         |
|                  | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      | 4760                     | 4880                | 4650                 | 10                     | nein                          |                         |
|                  | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|                  | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|                  | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 4765                     | 4798                | 4732                 | 10                     | nein                          | -                       |
|                  | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 10.05.19             | 4529                     | 4522                | 4537                 | 6                      | nein                          | n.a.                    |
|                  | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 4724                     | 4738                | 4709                 | 1                      | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Mn-Mangan | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 58,3652427502            | 58,62875            | 58,101736            | 0,01                   | nein                          | 105                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      | 58,16                    | 58,13               | 58,19                |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 55,29                    | 55,26               | 55,323333            | 1                      | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 69,279                   | 68,712              | 69,847               | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 62,4                     | 62,49               | 62,31                | <0,50                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 60,88                    | 60,69               | 61,06                | 0,06                   | nein                          |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 63,32                    | 64,09               | 62,54                | 0,010 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 66                       | 66                  | 66                   | 0,05                   | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 03.05.19             | 59,32                    | 58,19               | 60,44                | 0,03                   | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 66,2                     | 66,3                | 66                   | 0,1                    | nein                          | -                       |

| Parameter   | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|             |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Mo-Molybdän | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 0,3783975194             | 0,3795023           | 0,3772927            | 0,01                   | nein                          | 100                     |
|             | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|             | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 0,422                    | 0,4247215           | 0,4201829            | 0,2                    | nein                          |                         |
|             | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 0,467                    | 0,467               | 0,467                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|             | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 0,46                     | 0,45                | 0,46                 | <0,01                  | nein                          |                         |
|             | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|             | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|             | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 0,442                    | 0,440               | 0,443                | 0,013 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|             | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 0,46                     | 0,46                | 0,45                 | 0,05                   | nein                          | -                       |
|             | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 08.05.19             | 0,44                     | 0,44                | 0,45                 | 0,03                   | nein                          | n.a.                    |
|             | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 0,51                     | 0,51                | 0,5                  | 0,1                    | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Ni-Nickel | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 0,9503119615             | 0,9485692           | 0,9520547            | 0,01                   | nein                          | 100                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 0,688                    | 0,7069649           | 0,6690072            | 0,2                    | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 1,855                    | 1,838               | 1,871                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 0,65                     | 0,63                | 0,67                 | <0,10                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  | 25.04.               | 0,63                     | 0,65                | 0,61                 | 0,05                   | nein                          |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 0,554                    | 0,545               | 0,562                | 0,06                   | nein                          |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 0,654                    | 0,659               | 0,648                | 0,041 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 0,72                     | 0,72                | 0,71                 | 0,5                    | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 06.05.19             | 0,69                     | 0,7                 | 0,69                 | 0,9                    | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 0,72                     | 0,71                | 0,72                 | 0,2                    | nein                          | -                       |

| Parameter  | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|            |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Na-Natrium | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 2309,4435899598          | 2315,1086           | 2303,7786            | 2                      | nein                          | 100                     |
|            | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 2537                     | 2440,3333           | 2634,3333            | 50                     | nein                          |                         |
|            | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 2523,04                  | 2504,59             | 2541,49              | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|            | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 2578                     | 2586                | 2570                 | <50                    | nein                          |                         |
|            | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  | 18.04.               | 2400                     | 2490                | 2310                 | 10                     | nein                          |                         |
|            | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 2447                     | 2445                | 2448                 | 10                     | nein                          | -                       |
|            | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 10.05.19             | 2459                     | 2449                | 2469                 | 9                      | nein                          | n.a.                    |
|            | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 2543                     | 2546                | 2539                 | 5                      | nein                          | -                       |

| Parameter  | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|------------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|            |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| P-Phosphor | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 2494                     | 2475,6667           | 2511,6667            | 50                     | nein                          |                         |
|            | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 2411,101                 | 2423,207            | 2398,995             | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|            | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 2278                     | 2273                | 2283                 | <50                    | nein                          |                         |
|            | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|            | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 2333                     | 2330                | 2335                 | 20                     | nein                          | -                       |
|            | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 03.05.19             | 1949                     | 1975                | 1923                 | 9                      | nein                          | n.a.                    |
|            | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 2287                     | 2294                | 2279                 | 3                      | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Pb-Blei   | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 0,2436279852             | 0,2449355           | 0,2423205            | 0,01                   | nein                          | 95                      |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 0,248                    | 0,253844            | 0,2431308            | 0,02                   | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 0,266                    | 0,269               | 0,264                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 0,24                     | 0,24                | 0,24                 | <0,01                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  | 26.04.               | < 0,04                   | < 0,04              | < 0,04               | 0,04                   | nein                          |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  | 06.05.19             | 0,114                    | 0,12                | 0,108                | 0,06                   | nein                          |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 0,251                    | 0,252               | 0,249                | 0,007 µg/L             | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14. Mai              | 0,28                     | 0,28                | 0,27                 | 0,005                  | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 06. Mai              | 0,277                    | 0,279               | 0,275                | 0,03                   | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 0,299                    | 0,3                 | 0,3                  | 0,1                    | nein                          | -                       |

| Parameter   | Teilnehmer | Einheit | Probe I DLA Nr. | Probe II DLA Nr. | Datum der Analyse | Ergebnis (Mittelwert) | Ergebnis Probe I | Ergebnis Probe II | Bestimmungsgrenze | Angabe inkl. Wiederfindung | Wiederfindungsrate |
|-------------|------------|---------|-----------------|------------------|-------------------|-----------------------|------------------|-------------------|-------------------|----------------------------|--------------------|
|             |            |         |                 |                  | Tag/Monat         |                       |                  |                   |                   | ja / nein                  | in %               |
| Rb-Rubidium | 1          | mg/kg   | 18              | 54               | 10. Apr           | 17,3744863128         | 17,426946        | 17,322027         | 0,01              | nein                       | 95                 |
|             | 2          | mg/kg   | 29              | 43               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|             | 3          | mg/kg   | 23              | 49               | 25. Apr           | 17,7                  | 17,835838        | 17,559955         | 1                 | nein                       |                    |
|             | 4          | mg/kg   | 13              | 59               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|             | 5          | mg/kg   | 33              | 39               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|             | 6          | mg/kg   | 22              | 50               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|             | 7          | mg/kg   | 40              | 47               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|             | 8          | mg/kg   | 34              | 38               | 18.4.             | 17,27                 | 17,30            | 17,23             | 0,038 µg/L        | nein                       | nicht durchgeführt |
|             | 9          | mg/kg   | 17              | 55               | -                 | -                     | -                | -                 | -                 | -                          | -                  |
|             | 10         | mg/kg   | 12              | 60               | nicht untersucht  | n.a.                  | n.a.             | n.a.              | n.a.              | n.a.                       | n.a.               |
|             | 11         | mg/kg   | 11              | 61               | 8,05              | 20,2                  | 20,1             | 20,2              | 0,3               | nein                       | -                  |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I DLA Nr. | Probe II DLA Nr. | Datum der Analyse | Ergebnis (Mittelwert) | Ergebnis Probe I | Ergebnis Probe II | Bestimmungsgrenze | Angabe inkl. Wiederfindung | Wiederfindungsrate |
|-----------|------------|---------|-----------------|------------------|-------------------|-----------------------|------------------|-------------------|-------------------|----------------------------|--------------------|
|           |            |         |                 |                  | Tag/Monat         |                       |                  |                   |                   | ja / nein                  | in %               |
| Se-Selen  | 1          | mg/kg   | 18              | 54               | 10. Apr           | 0,5367621766          | 0,5367211        | 0,5368032         | 0,01              | nein                       | 98                 |
|           | 2          | mg/kg   | 29              | 43               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 3          | mg/kg   | 23              | 49               | 25.04.19          | 0,582                 | 0,5834701        | 0,5805439         | 0,06              | nein                       |                    |
|           | 4          | mg/kg   | 13              | 59               | 09.05.19          | 0,539                 | 0,543            | 0,535             | keine             | ja                         | 80-120             |
|           | 5          | mg/kg   | 33              | 39               |                   | 0,49                  | 0,48             | 0,49              | <0,10             | nein                       |                    |
|           | 6          | mg/kg   | 22              | 50               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 7          | mg/kg   | 40              | 47               |                   |                       |                  |                   |                   |                            |                    |
|           | 8          | mg/kg   | 34              | 38               | 18.4.             | 0,716                 | 0,702            | 0,73              | 0,095 µg/L        | nein                       | nicht durchgeführt |
|           | 9          | mg/kg   | 17              | 55               | 14.05.19          | 0,49                  | 0,49             | 0,49              | 0,05              | nein                       | -                  |
|           | 10         | mg/kg   | 12              | 60               | 08.05.19          | 0,58                  | 0,59             | 0,57              | 0,03              | nein                       | n.a.               |
|           | 11         | mg/kg   | 11              | 61               | 8,05              | 0,69                  | 0,68             | 0,69              | 0,3               | nein                       | -                  |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Sn-Zinn   | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 1,4180859078             | 1,4366587           | 1,3995131            | 0,01                   | nein                          | 100                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 1,515                    | 1,438               | 1,592                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 1,52                     | 1,51                | 1,53                 | <0,10                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 1,5                      | 1,5                 | 1,4                  | 0,05                   | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | 08.05.19             | 1,58                     | 1,59                | 1,56                 | 0,06                   | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 1,6                      | 1,47                | 1,71                 | 0,05                   | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| U-Uran    | 1          | mg/kg   | 18                 | 54                  | 10. Apr              | 0,2784967045             | 0,2714933           | 0,2855001            | 0,01                   | nein                          | 100                     |
|           | 2          | mg/kg   | 29                 | 43                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   | 23                 | 49                  | 25.04.19             | 0,275                    | 0,2773437           | 0,2718659            | 0,02                   | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   | 13                 | 59                  | 09.05.19             | 0,327                    | 0,327               | 0,327                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   | 33                 | 39                  |                      | 0,3                      | 0,3                 | 0,3                  | <0,01                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   | 22                 | 50                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 7          | mg/kg   | 40                 | 47                  |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 8          | mg/kg   | 34                 | 38                  | 18.4.                | 0,282                    | 0,285               | 0,279                | 0,7 ng/L               | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | -                    | -                        |                     |                      | -                      | -                             | -                       |
|           | 10         | mg/kg   | 12                 | 60                  | nicht<br>untersucht  | n.a.                     | n.a.                | n.a.                 | n.a.                   | n.a.                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   | 11                 | 61                  | 8,05                 | 0,34                     | 0,33                | 0,34                 | 0,05                   | nein                          | -                       |

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Probe I<br>DLA Nr. | Probe II<br>DLA Nr. | Datum der<br>Analyse | Ergebnis<br>(Mittelwert) | Ergebnis<br>Probe I | Ergebnis<br>Probe II | Bestimmungs-<br>grenze | Angabe inkl.<br>Wiederfindung | Wiederfin-<br>dungsrate |
|-----------|------------|---------|--------------------|---------------------|----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------|-------------------------------|-------------------------|
|           |            |         |                    |                     | Tag/Monat            |                          |                     |                      |                        | ja / nein                     | in %                    |
| Zn-Zink   | 1          | mg/kg   |                    |                     | 10. Apr              | 11,3755517493            | 11,510069           | 11,241035            | 0,2                    | nein                          | 100                     |
|           | 2          | mg/kg   |                    |                     |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 3          | mg/kg   |                    |                     | 25.04.19             | 14,11                    | 14,250483           | 13,968466            | 1                      | nein                          |                         |
|           | 4          | mg/kg   |                    |                     | 09.05.19             | 14,208                   | 14,076              | 14,34                | keine                  | ja                            | 80-120                  |
|           | 5          | mg/kg   |                    |                     |                      | 14,14                    | 14,31               | 13,97                | <0,50                  | nein                          |                         |
|           | 6          | mg/kg   |                    |                     | 23.05.               | 15,6                     | 15,9                | 15,2                 | 10                     | nein                          |                         |
|           | 7          | mg/kg   |                    |                     |                      |                          |                     |                      |                        |                               |                         |
|           | 8          | mg/kg   |                    |                     | 18.4.                | 12,32                    | 12,20               | 12,44                | 0,23 µg/L              | nein                          | nicht<br>durchgeführt   |
|           | 9          | mg/kg   | 17                 | 55                  | 14.05.19             | 18                       | 18                  | 18                   | 0,5                    | nein                          | -                       |
|           | 10         | mg/kg   |                    |                     | 06.05.19             | 14,4                     | 14,5                | 14,3                 | 0,9                    | nein                          | n.a.                    |
|           | 11         | mg/kg   |                    |                     | 8,05                 | 16,3                     | 15,9                | 16,6                 | 0,5                    | nein                          | -                       |

**5.1.2 Analytische Methoden**

| Parameter    | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                                | Hinweise zur Messmethode   | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|--------------|------------|---|---|--|---|-----------------------------------|---|--|
|              |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |  |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Al-Aluminium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS   | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|              | 2          |   |   |  |   |                                   |   |  |
|              | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3   |  | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|              | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowellendruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS  | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |  |
|              | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)  |  | ja  |                                   | ja                                      |  |
|              | 6          |   |   |  |   |                                   |   |  |
|              | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowellendruck-aufschluss   | ICP-OES  |   |                                   | ja                                      |  |
|              | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v).<br>Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünffachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|              | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |  | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|              | 10         | Al mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   | ICP-MS   | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|              | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-OES  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix   | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|-----------|------------|---|---|---|---|-------------------------------------|---|-------------------|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |   |   | ja / nein                           | ja / nein                               |                   |  |
| B-Bor     | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                                | ja                                      |                   |  |
|           | 2          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |   | externe Kalibration                                   |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                                | nein                                    |                   |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)  |   | ja  |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 6          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 7          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   |                                     | nein                                    | nein              | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |   |   | externe Kalib.kurve und internes RM | nein                                    | nein              |  |
|           | 10         | n.a.  | n.a.  | n.a.  | n.a.  | n.a.                                | n.a.                                    | n.a.              | n.a.   |
|           | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-OES   | Elementstd-Lösung                                     |                                     | -                                       | ja                |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix   | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|-----------|------------|---|---|---|---|-------------------------------------|---|-------------------|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |   |   | ja / nein                           | ja / nein                               |                   |  |
| Ba-Barium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                                | ja                                      |                   |  |
|           | 2          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |   | externe Kalibration                                   |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                                | nein                                    |                   |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)  |   | ja  |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 6          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 7          |   |   |   |   |                                     |   |                   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   |                                     | nein                                    | nein              | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |   |   | externe Kalib.kurve und internes RM | nein                                    | nein              |  |
|           | 10         | Ba mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   |   | ICP-MS  | ext. mit IS In                      | n.a.                                    | nein              | n.a.   |
|           | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-OES   | Elementstd-Lösung                                     |                                     | -                                       | ja                |  |

| Parameter  | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix   | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|------------|------------|---|--|-----------------------------|---|-------------------------------------|---|-------------------|--|
|            |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |                             |   | ja / nein                           | ja / nein                               |                   |  |
| Ca-Calcium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS                      | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                                | ja                                      |                   |  |
|            | 2          |   |  |                             |   |                                     |   |                   |  |
|            | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |                             | externe Kalibration                                   |                                     | ja                                      |                   |  |
|            | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                                | nein                                    |                   |  |
|            | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)  |                             | ja  |                                     | ja                                      |                   |  |
|            | 6          | ASU L 31.00-10: 1997-01                               | Mikrowelle / konz. HNO <sub>3</sub>  | Flammen-AAS                 |   |                                     | ja                                      |                   |  |
|            | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss  | ICP-OES                     |   |                                     | ja                                      |                   |  |
|            | 8          |   |  |                             |   |                                     |   |                   |  |
|            | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |                             |   | externe Kalib.kurve und internes RM | nein                                    | ja                |  |
|            | 10         | Ca mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In  | n.a.                                | ja                                      | n.a.              |  |
|            | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-OES                     | Elementstd-Lösung                                     | -                                   | ja                                      |                   |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode   | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix   | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|-----------|------------|---|---|--|---|-------------------------------------|---|-------------------|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |  |   | ja / nein                           | ja / nein                               |                   |  |
| Cu-Kupfer | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS   | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                                | ja                                      |                   |  |
|           | 2          |   |   |  |   |                                     |   |                   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |  | externe Kalibration                                   |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS  | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                                | nein                                    |                   |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)   |  | ja  |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 6          |   |   |  |   |                                     |   |                   |  |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss   | ICP-OES  |   |                                     | ja                                      |                   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünffachbestimmung |   |                                     | nein                                    | nein              | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |  |   | externe Kalib.kurve und internes RM | nein                                    | ja                |  |
|           | 10         | Co mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   | ICP-MS   | ext. mit IS In  | n.a.                                | ja                                      | n.a.              |  |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-MS   | Elementstd-Lösung                                     | -                                   | ja                                      |                   |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|--|---|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Fe-Eisen  | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          |   |  |   |   |                                   |   |  |
|           | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2                                       |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)   |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          | ASU L 00.00-19/2: 1993-08                             | Mikrowelle / konz. HNO3  | Flammen-AAS   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss  | ICP-OES   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|           | 10         | Fe mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|           | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-OES   | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung | Hinweise zur Messmethode | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |
|-----------|------------|---|--|--------------------------|---|-----------------------------------|---|-------------------|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung                     |                          |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |
| I-Iod     | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss                          | ICP-MS                   | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |
|           | 2          |   |  |                          |   |                                   |   |                   |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | alkalischer Aufschluss (TMAH)                    |                          | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |
|           | 4          |   |  |                          |   |                                   |   | nicht gemessen    |
|           | 5          | DIN EN 15111 (2007-06)                                |  |                          | ja  |                                   | ja                                      |                   |
|           | 6          |   |  |                          |   |                                   |   |                   |
|           | 7          |   |  |                          |   |                                   |   |                   |
|           | 8          |   |  |                          |   |                                   |   |                   |
|           | 9          | -   |  |                          | -   | -                                 | -                                       |                   |
|           | 10         | Iod ICP-MS, DIN/EN 15111, mod.                        | mischen  | ICP-MS                   | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.              |
|           | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure                    | ICP-OES                  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |                   |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |
|-----------|------------|---|--|-----------------------------|---|-----------------------------------|---|-------------------|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |                             |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |
| K-Kalium  | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS                      | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |
|           | 2          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|           | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |                             | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |                   |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)  |                             | ja  |                                   | ja                                      |                   |
|           | 6          | ASU L 31.00-10: 1997-01                               | Mikrowelle / konz. HNO <sub>3</sub>  | Flammen-AAS                 |   |                                   | ja                                      |                   |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss  | ICP-OES                     |   |                                   | ja                                      |                   |
|           | 8          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |                             | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |                   |
|           | 10         | K mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss               | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.              |
|           | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-OES                     | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |                   |

| Parameter    | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |
|--------------|------------|---|--|-----------------------------|---|-----------------------------------|---|-------------------|
|              |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |                             |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |
| Mg-Magnesium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS                      | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |
|              | 2          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|              | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |                             | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |
|              | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |                   |
|              | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)  |                             | ja  |                                   | ja                                      |                   |
|              | 6          | ASU L 31.00-10: 1997-01                               | Mikrowelle / konz. HNO <sub>3</sub>  | Flammen-AAS                 |   |                                   | ja                                      |                   |
|              | 7          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|              | 8          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|              | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |                             | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |                   |
|              | 10         | Mg mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.              |
|              | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-OES                     | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |                   |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|---|---|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Mn-Mangan | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          | ASU L 00.00-144                                       |   |   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Referenzwasser                | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)   |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss   | ICP-OES   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|           | 10         | Mn mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter   | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-------------|------------|---|---|---|---|-----------------------------------|---|--|
|             |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Mo-Molybdän | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|             | 2          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|             | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|             | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Referenzwasser                | nein                              | nein                                    |  |
|             | 5          | DIN EN ISO 17294-2 (E 29) (2005-02)                   | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)   |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|             | 6          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|             | 7          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|             | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|             | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|             | 10         | Mo mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|             | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter  | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |
|------------|------------|---|--|-----------------------------|---|-----------------------------------|---|-------------------|
|            |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung                     |                             |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |
| Na-Natrium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss                          | ICP-MS                      | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |
|            | 2          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|            | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2           |                             | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |
|            | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss                         | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |                   |
|            | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)                         |                             | ja  |                                   | ja                                      |                   |
|            | 6          | ASU L 31.00-10: 1997-01                               | Mikrowelle / konz. HNO3                          | GF-AAS                      |   |                                   | ja                                      |                   |
|            | 7          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|            | 8          |   |  |                             |   |                                   |   |                   |
|            | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |                             | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |                   |
|            | 10         | Na mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.              |
|            | 11         | ICP-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure                    | ICP-OES                     | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |                   |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|--|---|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Ni-Nickel | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          |   |  |   |   |                                   |   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2                                       |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 17294-2 (E 29) (2005-02)                   | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)   |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          | ASU L 59.11-3: 2000-07 (in Anlehnung)                 | Mikrowelle / konz. HNO3  | GF-AAS  |   |                                   | nein                                    |  |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruck-aufschluss  | ICP-OES   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|           | 10         | Ni mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter  | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial      | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |
|------------|------------|---|--|-----------------------------|--|-----------------------------------|---|-------------------|
|            |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung                     |                             |  | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |
| P-Phosphor | 1          |   |  |                             |  |                                   |   |                   |
|            | 2          |   |  |                             |  |                                   |   |                   |
|            | 3          | ICP-OES   | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3                |                             | externe Kalibration                    |                                   | ja                                      |                   |
|            | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss                         | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Referenzwasser | nein                              | nein                                    |                   |
|            | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)                        |                             | ja                                     |                                   | ja                                      |                   |
|            | 6          |   |  |                             |  |                                   |   |                   |
|            | 7          |   |  |                             |  |                                   |   |                   |
|            | 8          |   |  |                             |  |                                   |   |                   |
|            | 9          | ICP/MS - internal method PNTA0193                     |  |                             | external calib. curve and internal RM  | no                                | yes                                     |                   |
|            | 10         | P mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss               | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In                         | n.a.                              | nein                                    | n.a.              |
| 11         | ICP-ORG    | Mikrowellenaufschluss / Säure                         | ICP-OES  | Elementstd-Lösung           | -                                      | ja                                |   |                   |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|--|---|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Pb-Blei   | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          |   |  |   |   |                                   |   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2                                       |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Referenzwasser                | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 17294-2 (E 29) (2005-02)                   | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)  |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          | ASU L 00.00-19/3: 2004-07                             | Mikrowelle / konz. HNO3  | GF-AAS  |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 7          | DIN ISO 11885 (E22)                                   | Mikrowelldruckaufschluss   | ICP-OES   |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |  |
|           | 10         | Pb mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
| 11        | IMS-ORG    | Mikrowellenaufschluss / Säure                         | ICP-MS   | Elementstd-Lösung   | -   | ja                                |   |  |

| Parameter   | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|-------------|------------|---|--|---|---|-----------------------------------|---|-------------------|--|
|             |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |  |
| Rb-Rubidium | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |  |
|             | 2          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|             | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2                                       |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |  |
|             | 4          |   |  |   |   |                                   |   | nicht gemessen    |  |
|             | 5          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|             | 6          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|             | 7          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|             | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   |                                   | nein                                    | nein              | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|             | 9          | -   |  |   | -   |                                   | -                                       | -                 |  |
|             | 10         | n.a.  | n.a.   | n.a.  | n.a.  | n.a.                              | n.a.                                    | n.a.              | n.a.   |
|             | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     |                                   | -                                       | ja                |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                             | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise |  |
|-----------|------------|---|--|---|---|-----------------------------------|---|-------------------|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung   |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |                   |  |
| Se-Selen  | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss  | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |                   |  |
|           | 2          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO3/H2O2                                       |   | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |                   |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS   | externe Kalibration und Refrenzwasser                 | nein                              | nein                                    |                   |  |
|           | 5          | DIN 38405-D 23 (1994-10)                              | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)  |   | ja  |                                   | ja                                      |                   |  |
|           | 6          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|           | 7          |   |  |   |   |                                   |   |                   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO3 und H2O2 (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   |                                   | nein                                    | nein              | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |   | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |                   |  |
|           | 10         | Se mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.              |  |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure  | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     |                                   | -                                       | ja                |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung | Hinweise zur Messmethode    | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise   |
|-----------|------------|---|--|-----------------------------|---|-----------------------------------|---|---|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung                     |                             |   | ja / nein                         | ja / nein                               |   |
| Sn-Zinn   | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Königswasseraufschluss                           | ICP-MS                      | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |   |
|           | 2          |   |  |                             |   |                                   |   |   |
|           | 3          |   |  |                             |   |                                   |   | Methode ist für den Konzentrations-Bereich nicht validiert. |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowellenaufschluss                            | Quantitative Analyse ICP-MS | externe Kalibration und Referenzwasser                | nein                              | nein                                    |   |
|           | 5          | DIN EN ISO 17294-2 (E 29) (2005-02)                   | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)                        |                             | ja  |                                   | ja                                      |   |
|           | 6          |   |  |                             |   |                                   |   |   |
|           | 7          |   |  |                             |   |                                   |   |   |
|           | 8          |   |  |                             |   |                                   |   |   |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |  |                             | externe Kalib.kurve und internes RM                   | nein                              | ja                                      |   |
|           | 10         | Sn mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen  | ICP-MS                      | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.  |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure                    | ICP-MS                      | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |   |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode   | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|---|--|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |  |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| U-Uran    | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS   | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          |   |   |  |   |                                   |   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |  | externe Kalibration                                   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowellenaufschluss   | Quantitative Analyse ICP-MS  | externe Kalibration und Referenzwasser                | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 17294-2 (E 29) (2005-02)                   | VDLUF A VII, 2.1.3 (2011)   |  | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          |   |   |  |   |                                   |   |  |
|           | 7          |   |   |  |   |                                   |   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünffachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | -   |   |  | -   | -                                 | -                                       |  |
|           | 10         | n.a.  | n.a.  | n.a.   | n.a.  | n.a.                              | n.a.                                    | n.a.   |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-MS   | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode  | Kalibrierung und Referenzmaterial                     | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025 | Sonstige Hinweise  |
|-----------|------------|---|---|---|---|-----------------------------------|---|--|
|           |            |   | Aufschluss: Methode / Lösung  |   |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Zn-Zink   | 1          | §64 L00.00-19//1                                      | Salpetersäureaufschluss   | ICP-MS  | Externe Kalibrierung mit Agilent Multielementstandard | nein                              | ja                                      |  |
|           | 2          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|           | 3          | ICP-MS (Quadrupol)                                    | Druckaufschluss(Mikrowelle); HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>                                      |   | exteme Kalibration                                    |                                   | ja                                      |  |
|           | 4          | Quantitative Analyse ICP-MS                           | Mikrowelldruckaufschluss  | Quantitative Analyse ICP-MS   | exteme Kalibration und Refrenzwasser                  | nein                              | nein                                    |  |
|           | 5          | DIN EN ISO 11885 (E 22) (2009-09)                     | VDLUFA VII, 2.1.3 (2011)  |   | ja  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6          | ASU L 00.00-19/2: 1993-08                             | Mikrowelle / konz. HNO <sub>3</sub>   | GF-AAS  |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 7          |   |   |   |   |                                   |   |  |
|           | 8          | Hausmethode   | Mikrowellensäureaufschluss mit HNO <sub>3</sub> und H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (4:1, v.v). Probenmenge: 100 mg | Bestimmung der Probe 1 und 2 erfolgte jeweils als Fünfachbestimmung |   | nein                              | nein                                    | Homogenisieren durch Rühren nach Überführung in einen Probenbehälter |
|           | 9          | ICP/MS – interne Methode PNTA0193                     |   |   | exteme Kalib.kurve und internes RM                    | nein                              | ja                                      |  |
|           | 10         | Zn mit ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss              | mischen   | ICP-MS  | ext. mit IS In  | n.a.                              | ja                                      | n.a.   |
|           | 11         | IMS-ORG   | Mikrowellenaufschluss / Säure   | ICP-MS  | Elementstd-Lösung                                     | -                                 | ja                                      |  |

**5.2 Homogenität**

**5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben**

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

*Kupfer*

| Wiederholmessungen | mg/kg |
|--------------------|-------|
| 1                  | 4,7   |
| 2                  | 4,8   |
| 3                  | 4,8   |
| 4                  | 4,7   |
| 5                  | 4,8   |
| 6                  | 4,8   |
| 7                  | 4,8   |
| 8                  | 4,8   |

*Uran*

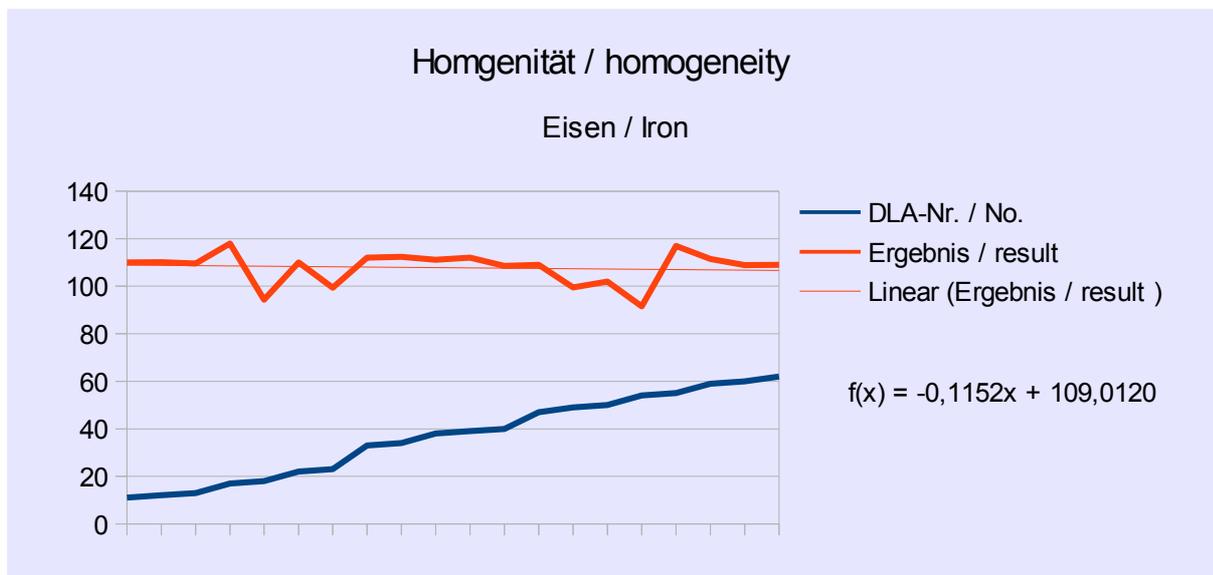
| Wiederholmessungen | mg/kg |
|--------------------|-------|
| 1                  | 0,31  |
| 2                  | 0,31  |
| 3                  | 0,32  |
| 4                  | 0,34  |
| 5                  | 0,31  |
| 6                  | 0,31  |
| 7                  | 0,30  |
| 8                  | 0,31  |

Allgemeiner Mittelwert 4,78  
 Wiederholstandardabweichung 0,0463 0,97%

Allgemeiner Mittelwert 0,314  
 Wiederholstandardabweichung 0,0119 3,8%

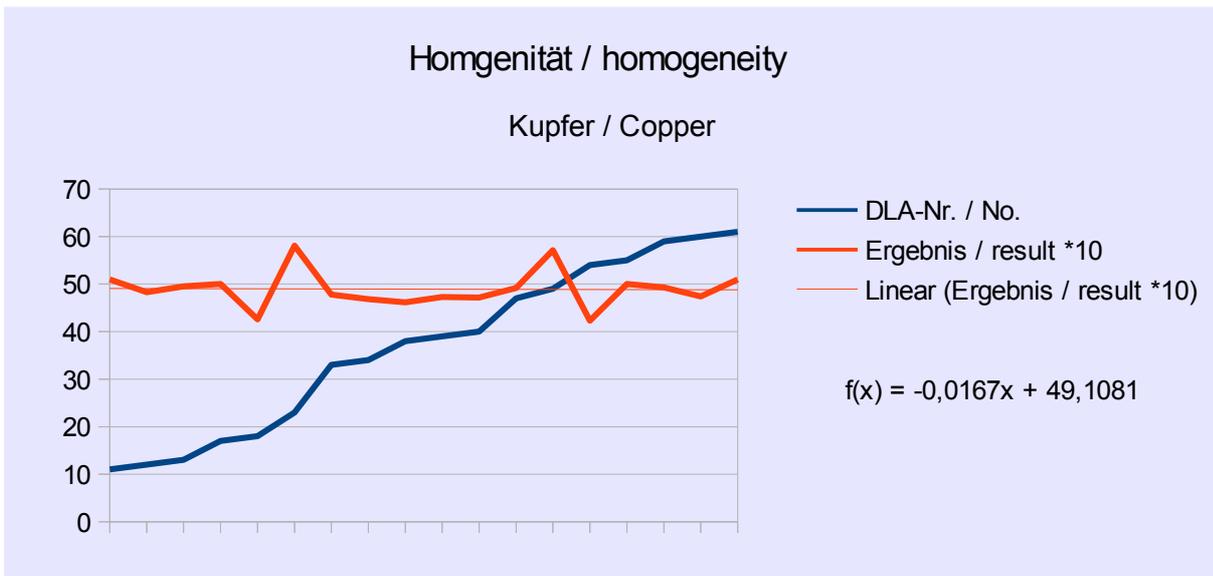
**5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse**

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



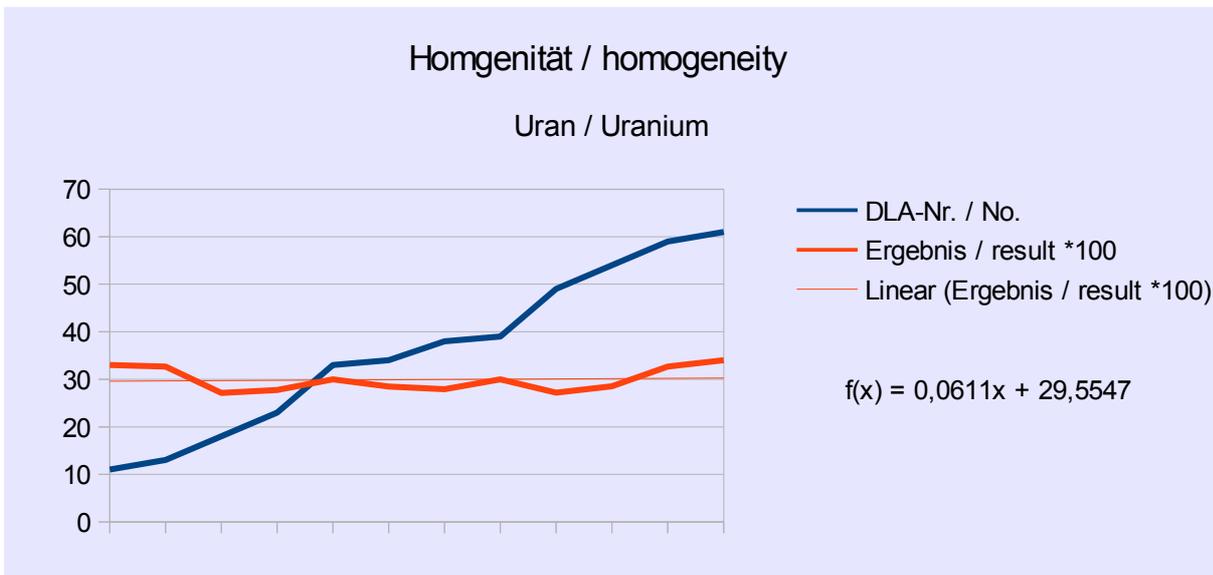
**Abb./Fig. 39:**

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse  
 trend line function sample number vs. results



**Abb./Fig. 40:**

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1\*10 dargestellt)  
trend line function sample number vs. results (1\*10 shown)



**Abb./Fig. 41:**

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1\*100 dargestellt)  
trend line function sample number vs. results (1\*100 shown)

**5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse**

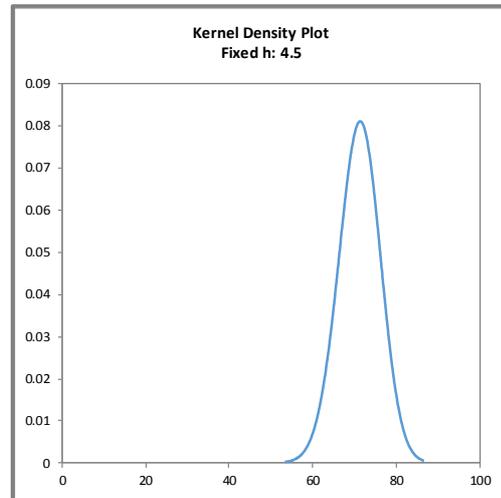
**Abbildungen:**

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

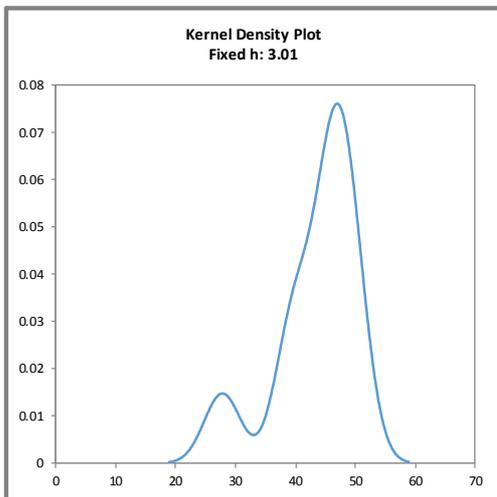
**Figures:**

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

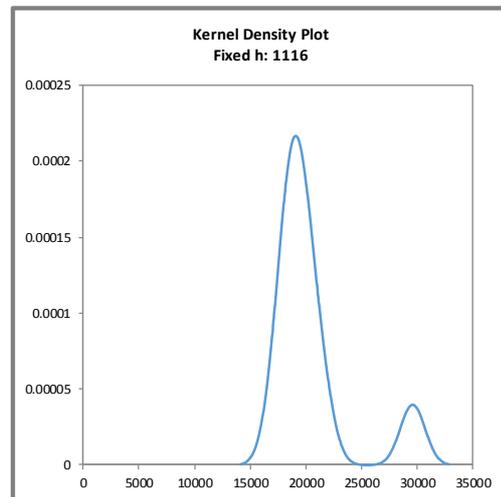
Barium



Aluminium



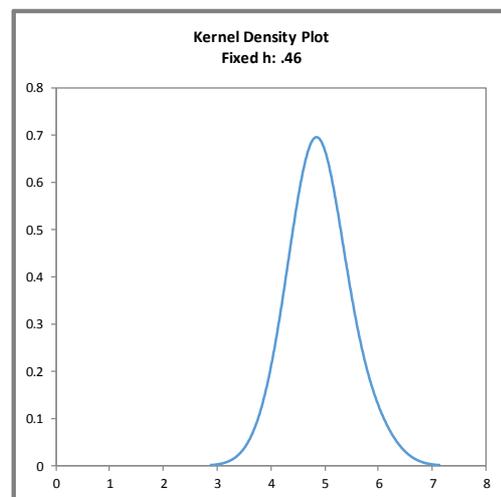
Calcium



Bor / Boron

< 8 Ergebnisse  
< 8 Results

Kupfer / Copper



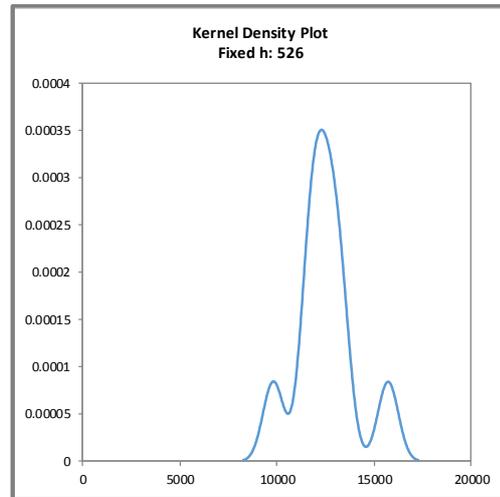
**Abbildungen:**

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

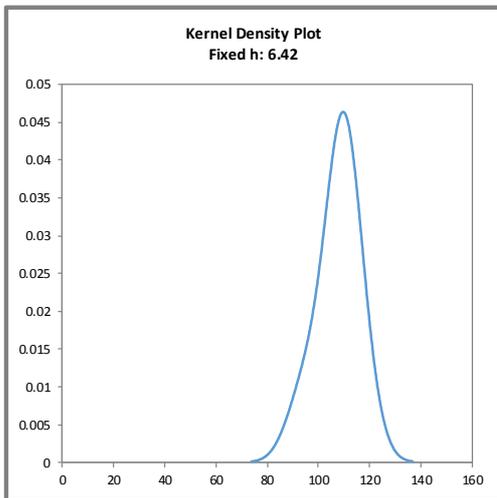
**Figures:**

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

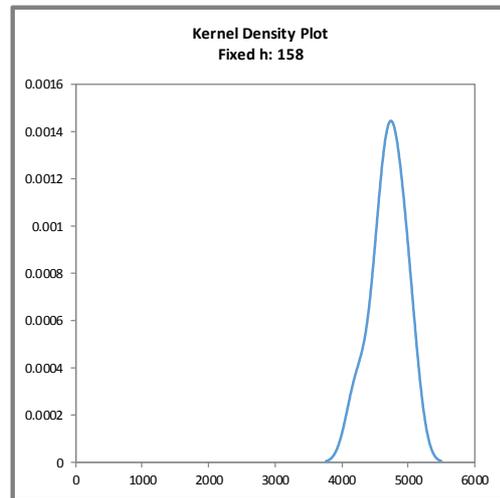
Kalium / Potassium



Eisen / Iron



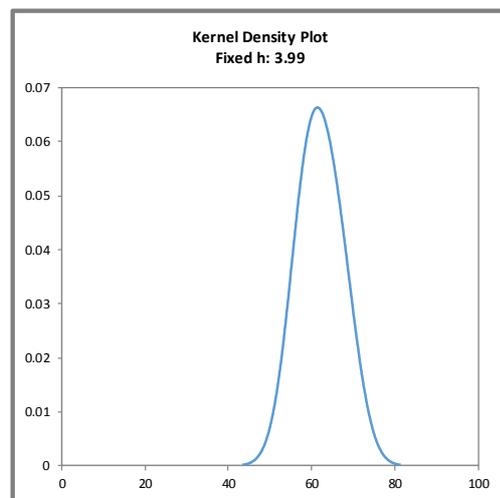
Magnesium



Iod / Iodine

< 8 Ergebnisse  
< 8 Results

Mangan / Manganese



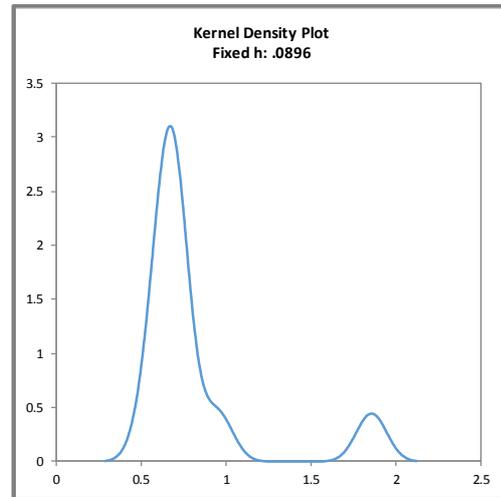
**Abbildungen:**

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

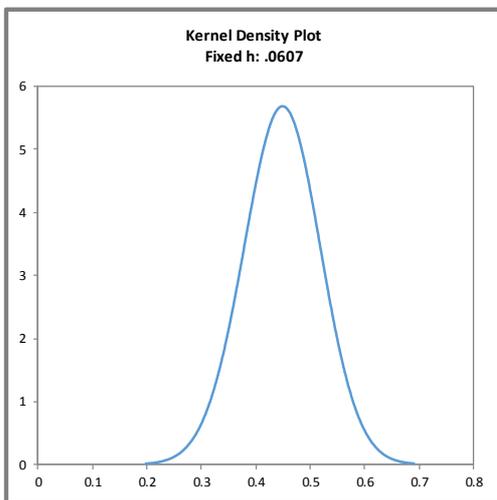
**Figures:**

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

Nickel



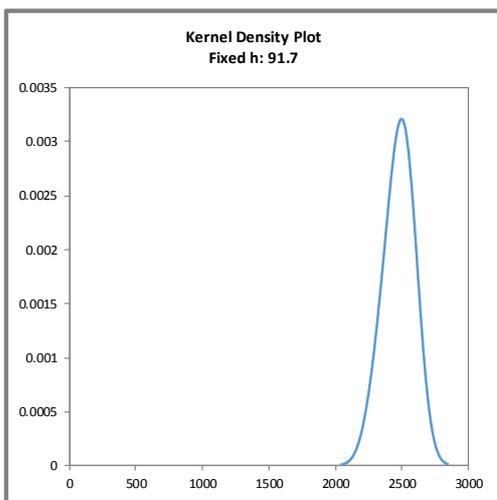
Molybdän / Molybdenum



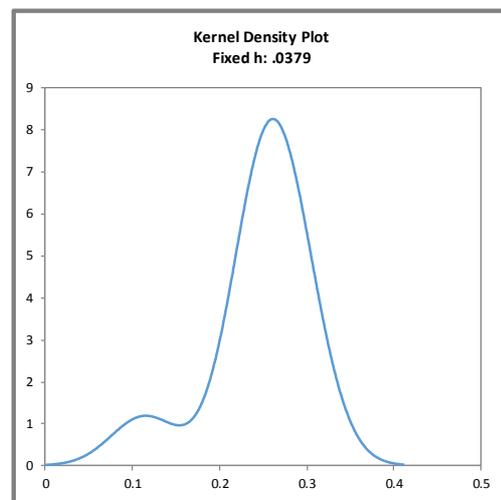
Phosphor / Phosphorus

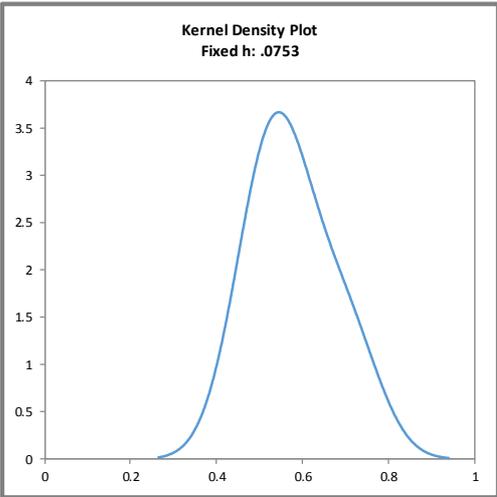
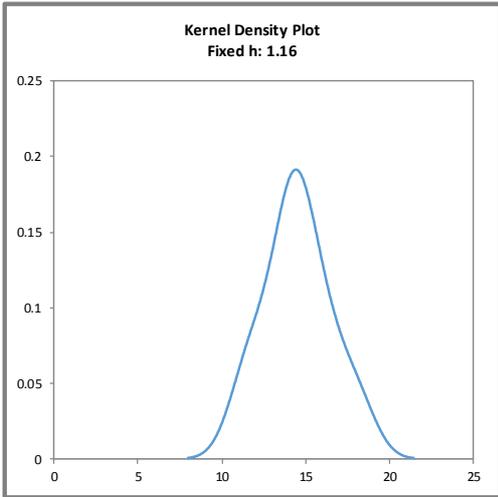
< 8 Ergebnisse  
< 8 Results

Natrium / Sodium



Blei / Lead



|   |   |
|---|---|
| <p><b>Abbildungen:</b><br/>Kerndichte-Schätzungen der Teilnehmerergebnisse (mit <math>h = 0,75 \times \sigma_{pt}</math> von <math>X_{pt}</math>)</p> <p><b>Figures:</b><br/>Kernel density plots of participants' results (with <math>h = 0,75 \times \sigma_{pt}</math> of <math>X_{pt}</math>)</p> | <p>Zinn / Tin</p> <p>&lt; 8 Ergebnisse<br/>&lt; 8 Results</p>   |
| <p>Rubidium</p> <p>&lt; 8 Ergebnisse<br/>&lt; 8 Results</p>   | <p>Uran / Uranium</p> <p>&lt; 8 Ergebnisse<br/>&lt; 8 Results</p>                                       |
| <p>Selen / Selenium</p>    | <p>Zink / Zinc</p>  |

**5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

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

|  |  |
|--|--|
| EP-Nummer                              | <b>DLA 49 - 2019</b>   |
| EP-Name                                | <b>Schwermetalle und Spurenelemente in pflanzlichem Lebensmittel, ca. 20 Elemente</b>  |
| Probenmatrix*                          | Proben I + II: <b>Moringablatt-Pulver</b>  |
| Probenzahl und Probenmenge             | 2 identische Proben : je 8 g   |
| Lagerungsinformation                   | Proben I + II: Raumtemperatur  |
| Verwendungszweck                       | Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)   |
| Parameter                              | quantitativ: <b>Al, B, Ba, Ca, Cu, Fe, I, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Rb, Se, Sn, U</b> und <b>Zn</b> (natürliche Gehalte, außer Sn und U: dotiert)  |
| Untersuchungsmethoden                  | Methode ist freigestellt   |
| Hinweise zur Analyse                   | Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden.<br>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"> <li>- Datum der Analyse</li> <li>- DLA-Nr. der Probe I und II</li> <li>- Bestimmungsgrenze</li> <li>- Angabe inkl. Wiederfindung</li> <li>- Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt.</li> <li>- Methode ist akkreditiert</li> </ul> |
| Ergebnisabgabe                         | Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an:<br><b>pt@dla-lvu.de</b>  |
| Abgabetermin                           | <b>Spätestens 24. Mai 2019</b>   |
| Auswertebereich                        | Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.   |
| Koordinator und Ansprechpartner der EP | Dr. Matthias Besler-Scharf / Alexandra Scharf MSc.   |

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

## 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

| Teilnehmer / Participant | Ort / Town | Land / Country |
|--------------------------|------------|----------------|
|                          |            | Deutschland    |
|                          |            | SCHWEIZ        |
|                          |            | Deutschland    |
|                          |            | Deutschland    |
|                          |            | SPANIEN        |
|                          |            | SCHWEIZ        |

*[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 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 L 00.00-157 (2016-2): Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS)
19. ASU §64 L 00.00-158 (2016-2): Bestimmung von Aluminium in Lebensmitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)
20. ASU §64 L 00.00-135 (2011-01) / DIN EN 15763:2010: Bestimmung von Arsen, Cadmium, Quecksilber und Blei in Lebensmitteln mit ICP-MS nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of arsenic, cadmium, mercury and lead in foodstuffs by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) after pressure digestion
21. ASU §64 L 00.00-19/2: Bestimmung von Eisen, Kupfer, Mangan und Zink mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Flamme
22. ASU §64 L 00.00-19/3 / DIN EN 14083: Bestimmung von Blei, Cadmium, Chrom und Molybdän mit Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of lead, cadmium, chro-

- mium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion
23. ASU §64 L 00.00-19/5: Bestimmung von Selen mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) -Hydridtechnik
  24. ASU §64 L 00.00-144 : Bestimmung der Mineralstoffe Ca, K, Mg, Na, P und S sowie der Spurenelemente Fe, Cu, Mn und Zn in Lebensmitteln mit ICP-OES
  25. ASU §64 L 00.00-93 / DIN EN 15111: Bestimmung von Iod in Lebensmitteln - ICP-MS-Verfahren / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of iodine by ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)
  26. ASU §64 L 00.00-127 / EN 15764: Bestimmung von Zinn in Lebensmitteln mit der Flammen- und Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of tin by flame and graphite furnace atomic absorption spectrometry (FAAS and GFAAS) after pressure digestion
  27. ASU §64 L 00.00-128 / DIN EN 15765: Bestimmung Zinn in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach Druckaufschluss / Foodstuffs. Determination of trace elements. Determination of tin by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) after pressure digestion
  28. ASU §64 L 31.00-10: Bestimmung der Gehalte an Natrium, Kalium, Calcium und Magnesium in Frucht- und Gemüsesäften - Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (AAS)

### **DLA 49/2019 - Schwermetalle und Spurenelemente**

Alle 11 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung der Ergebnisse für die Bestimmung der Parameter in Moringablatt-Pulver erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz bzw. mit der Zielstandardabweichung nach Auswertung eines Versuchs zur Präzision, sofern mehr als 5 quantitative Ergebnisse vorlagen. Es lagen 78% bis 100% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

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