



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptCM06 (2020)

Tätowiermittel:

**Bestimmung von 13 Elementen
(As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb,
Sb, Se, Sn, Zn)**

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> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Proficiency Tests GmbH Kalte Weide 21, 24641 Sievershütten, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA ptCM06 (2020)
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (8. Februar 2021)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 8. Februar 2021</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Keine, As part of the present proficiency test the following services were subcontracted: none,</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen.....	11
3.7 z-Score.....	11
3.7.1 Warn- und Eingriffssignale.....	12
3.8 z'-Score.....	14
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	14
3.10 Quotient S*/opt.....	15
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	15
4. Ergebnisse.....	16
4.1 As – Arsen in mg/kg.....	18
4.2 Ba – Barium in mg/kg.....	20
4.3 Cd – Cadmium in mg/kg.....	22
4.4 Co – Kobalt in mg/kg.....	24
4.5 Cr – Chrom in mg/kg.....	26
4.6 Cu – Kupfer in mg/kg.....	28
4.7 Hg – Quecksilber in mg/kg.....	30
4.8 Ni – Nickel in mg/kg.....	32
4.9 Pb – Blei in mg/kg.....	34
4.10 Sb – Antimon in mg/kg.....	36
4.11 Se – Selen in mg/kg.....	38
4.12 Sn – Zinn in mg/kg.....	40
4.13 Zn – Zink in mg/kg.....	42
4.14 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	44
5. Dokumentation.....	45
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	45
5.1.1 Primärdaten.....	45
5.1.2 Analytische Methoden.....	52
5.2 Homogenität.....	63
5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	63
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	64
5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	67
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	68
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	69

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 ein Tätowiermittel eines Europäischen Anbieters. Alle 13 Elemente wurden dem Material in Form von Standard-Lösungen zudotiert (Zusammensetzung s. Tab. 1.)

Nach dem Homogenisieren wurden die Proben zu Portionen von ca. 5 g in Glasfläschchen abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Gehalt
Tätowiermittel (schwarz) Bestandteile/Ingredients: Aqua, CI 77266, Calcium Sodium Phosphosilicate, Shellac, PVP, Ammonia	100 g/100 g
As - Arsen (Standardlösung)	1,9 mg/kg
Ba - Barium (Standardlösung)	6,3 mg/kg
Cd - Cadmium (Standardlösung)	0,32 mg/kg
Co - Cobalt (Standardlösung)	9,5 mg/kg
Cr - Chrom (Standardlösung)	0,63 mg/kg
Cu - Kupfer (Standardlösung)	12,6 mg/kg
Hg - Quecksilber (Standardlösung)	0,19 mg/kg
Ni - Nickel (Standardlösung)	6,3 mg/kg
Pb - Blei (Standardlösung)	1,7 mg/kg
Sb - Antimon (Standardlösung)	3,2 mg/kg
Se - Selen (Standardlösung)	1,9 mg/kg
Sn - Zinn (Standardlösung)	3,2 mg/kg
Zn - Zink (Standardlösung)	6,3 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 Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r 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 1,7% - 7,7%. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU §64 K 84.00-31, L 00.00-128, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [18-28]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.13).

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

Parameter	VK_r	Parameter	VK_r
As	1,67 %	Ni	3,57 %
Ba	4,00 %	Pb	5,66 %
Cd	5,23 %	Sb	3,58 %
Co	5,93 %	Se	2,48 %
Cr	5,17 %	Sn	4,39 %
Cu	3,44 %	Zn	4,75 %
Hg	7,74 %		

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

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

2.1.2 Stabilität

Erfahrungsgemäß sind konservierte Tätowiermittel ungeöffnet über mehrere Jahre stabil. Für die Produkte wurde vom Hersteller eine Verwendungsdauer von mehr als 12 Monaten angegeben. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 38. Kalenderwoche 2020 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 13. November 2020.

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

Tätowiermittel: Bestimmung von 13 Elementen (As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Zn)

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben mit den o.g. Parametern in der Matrix Tätowiermittel. Die Analysenmethode ist freigestellt.

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.

11 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben. Ein Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

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

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

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

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

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien S_w bezeichnet, nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergeb-

nisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

Die Vergleichsstandabweichung S_R stellt eine laborübergreifende Schätzung der Standardabweichung für die Bestimmung des jeweiligen Parameters anhand der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer dar. Sie berücksichtigt sowohl die Wiederholstandardabweichung als auch die Standardabweichung zwischen den Laboratorien. Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von 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 σ_{pt} (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Elemente die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz oder Horwitz / Thompson herangezogen (s. 3.6.1).

Zur Information wurde jeweils die Zielstandardabweichung berechnet nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2, ASU §64 Methoden) herangezogen.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

Tabelle 3: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [20-29]

Parameter	Matrix	Mittelwert [mg/kg]	RSD_r [%]	RSD_R [%]	σ_{pt} [%]	Methode / Literatur
As	Tattoo-Farbe	0,471	9,10	18,45	17,3 ¹	ICP-MS [27]
Ba	Tattoo-Farbe	21,54	5,79	8,93	7,94	ICP-OES [28]
Ba	Tattoo-Farbe	21,35	2,99	6,75	6,41 ¹	ICP-MS [27]
Cd	CRM Plastics	5,24	4,7	7,3	6,50	AAS [26]
Cd	Lippenstift	0,885	3,82	11,30	11,0	ICP-OES [28]
Cd	Bodylotion	4,19	1,75	3,37	3,14	ICP-OES [28]
Cd	Bodylotion	4,12	3,37	9,47	9,17	ICP-OES [28]
Cd	Tattoo-Farbe	0,111	4,63	9,63	9,06 ¹	ICP-MS [27]
Cr	Johannisbeernektar	0,0522	3,41	15,86	15,7 ¹	ICP-MS [25]
Cr	Weizennudeln	1,21	16,00	22,59	19,6	ICP-MS [25]
Cu	Keks	2,432	3,61	12,1	11,8	AAS [18]
Cu	Johannisbeernektar	6,08	1,29	7,58	7,53 ¹	ICP-MS [25]
Cu	Weizennudeln	2,69	2,96	8,65	8,39	ICP-MS [25]
Co	Johannisbeernektar	0,512	1,19	4,60	4,52 ¹	ICP-MS [25]
Co	Weizennudeln	7,49	3,36	6,48	6,03	ICP-MS [25]
Hg	Tattoo-Farbe	0,110	2,84	11,68	11,5 ¹	AAS [29]
Hg	Bodylotion	1,40	3,04	24,92	24,8	AAS [29]
Ni	Lippenstift	10,42	8,52	10,40	8,48	ICP-OES [28]
Ni	Tattoo-Farbe	5,22	3,89	19,31	19,1 ¹	ICP-OES [28]
Ni	Tattoo-Farbe	5,50	2,24	7,12	6,94 ¹	ICP-MS [27]
Pb	Bodylotion	16,71	4,35	7,18	6,49	ICP-OES [28]
Pb	Bodylotion	17,48	4,16	10,81	10,4	ICP-OES [28]
Pb	Tattoo-Farbe	0,563	5,52	9,04	8,15 ¹	ICP-MS [27]
Sb	Bodylotion	13,21	3,68	7,88	7,39 ¹	ICP-OES [28]
Sb	Bodylotion	13,43	3,67	4,82	4,06	ICP-OES [28]
Sb	Tattoo-Farbe	1,09	3,06	8,41	8,13 ¹	ICP-MS [27]
Se	Klee	7,233	3,26	7,23	6,85 ¹	AAS [20]
Se	Johannisbeernektar	0,391	3,90	10,28	9,90 ¹	ICP-MS [25]
Se	Weizennudeln	0,461	6,35	13,95	13,2	ICP-MS [25]
Sn	Weißwein	2,49	2,41	6,02	5,77 ¹	ICP-MS [22]
Zn	Keks	13,04	2,45	7,82	7,63 ¹	AAS [18]
Zn	Johannisbeernektar	80,9	1,21	9,46	9,42 ¹	ICP-MS [25]
Zn	Weizennudeln	9,67	4,52	8,47	7,84	ICP-MS [25]

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 3 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

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

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 als geeignet angesehen.

Tabelle 4 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Tabelle 4: Kenndaten der aktuellen LVU (grau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2017 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/kg]	rob. SD (S*) [mg/kg]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/opt	DLA-Bericht
As	Tätowiermittel	1,99	0,773	38,8	1,6 *	DLA 55/2017
As	Tätowiermittel	1,79	0,303	16,9	1,2	ptCM06 (2020)
Ba	Tätowiermittel	23,0	4,30	18,7	1,9	DLA 55/2017
Ba	Tätowiermittel	5,83	0,700	12,0	0,98	ptCM06 (2020)
Cd	Tätowiermittel	2,28	0,676	29,6	1,4 *	DLA 55/2017
Cd	Tätowiermittel	0,282	0,0647	22,9	1,2	ptCM06 (2020)
Cr	Tätowiermittel	3,96	0,710	17,9	1,4	DLA 55/2017
Cr	Tätowiermittel	0,918	0,134	14,6	0,90	ptCM06 (2020)
Cu	Tätowiermittel	4730	1390	29,4	1,9	DLA 55/2017
Cu	Tätowiermittel	11,1	0,886	7,96	0,71	ptCM06 (2020)
Co	Tätowiermittel	4,76	1,11	23,3	1,3	DLA 55/2017
Co	Tätowiermittel	8,10	0,918	11,3	1,0	ptCM06 (2020)
Hg	Tätowiermittel	1,23	0,415	33,7	1,4 *	DLA 55/2017
Hg	Tätowiermittel	0,105	0,0375	35,6	1,6	ptCM06 (2020)
Ni	Tätowiermittel	3,21	0,546	17,0	1,3	DLA 55/2017
Ni	Tätowiermittel	5,92	0,643	10,9	0,89	ptCM06 (2020)
Pb	Tätowiermittel	1,31	0,322	24,6	1,6	DLA 55/2017
Pb	Tätowiermittel	1,51	0,225	14,9	0,99	ptCM06 (2020)
Sb	Tätowiermittel	1,77	1,24	-	-	DLA 55/2017
Sb	Tätowiermittel	2,53	0,429	17,0	1,2	ptCM06 (2020)
Se	Tätowiermittel	3,15	1,37	21,9	1,6 *	DLA 55/2017
Se	Tätowiermittel	1,66	0,363	21,9	1,5	ptCM06 (2020)
Sn	Tätowiermittel	-	-	-	-	DLA 55/2017
Sn	Tätowiermittel	3,20	0,677	21,2	1,6	ptCM06 (2020)
Zn	Tätowiermittel	2,70 Median	1,84	68,1	1,7	DLA 55/2017
Zn	Tätowiermittel	5,30	1,32	24,9	2,0	ptCM06 (2020)

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

terial durchgeführt werden. Falls notwendig, muss auf die Probleme durch angemessene Korrekturmaßnahmen reagiert werden [3].

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

3.8 z'-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

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

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

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

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

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

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

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

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

4. Ergebnisse

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 Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle Parameter nach dem Modell nach Horwitz berechnet, bzw. nach Horwitz/ Thompson für Hg. Zur Information wurde soweit verfügbar die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methoden) mit angegeben (s. Tab.3).

Für alle Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 0,7 bis 2,0 (s. Tab. 4).

Die robusten Standardabweichungen sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2, soweit vorhanden) sowie im Bereich vorangegangener LVUs (vgl. Tab. 4). 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:

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

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

In der unteren Tabelle sind die Ergebnisse der teilnehmenden Labore auf 3 gültige Stellen formatiert dargestellt**:

Auswertenummer	Parameter [Einheit / Unit]	Abweichung	z-Score σ_{pt}	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation			Remark

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

4.1 As – Arsen in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,79
Median	1,81
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,79
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,303
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0301
Variationskoeffizient (VK_r)	1,67%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,261
Variationskoeffizient (VK_R)	14,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,263
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,310
Untere Grenze des Zielbereichs	1,27
Obere Grenze des Zielbereichs	2,32
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,120
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	100%

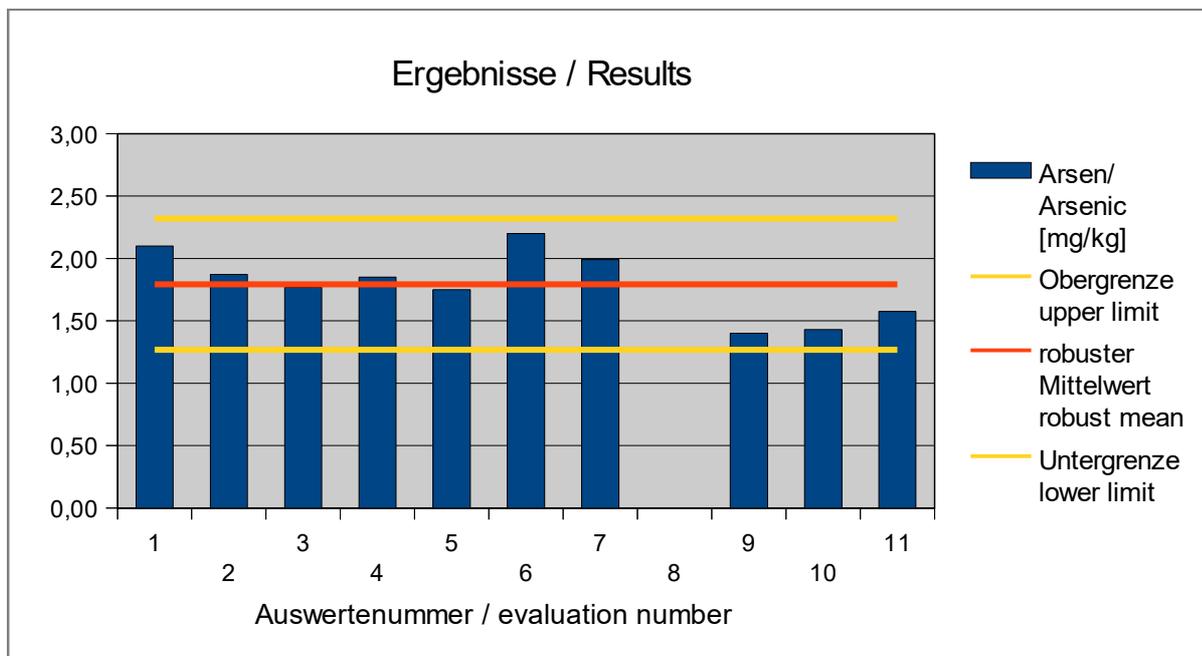


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Arsen / Results arsenic

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

Auswertenummer Evaluation number	Arsen/ Arsenic [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2,10	0,306	1,2	1,0	
2	1,87	0,078	0,30	0,25	
3	1,77	-0,024	-0,09	-0,08	
4	1,85	0,056	0,21	0,18	
5	1,75	-0,044	-0,17	-0,14	
6	2,20	0,406	1,5	1,3	
7	1,99	0,196	0,75	0,63	
8					
9	1,40	-0,394	-1,5	-1,3	
10	1,43	-0,364	-1,4	-1,2	
11	1,58	-0,219	-0,83	-0,71	

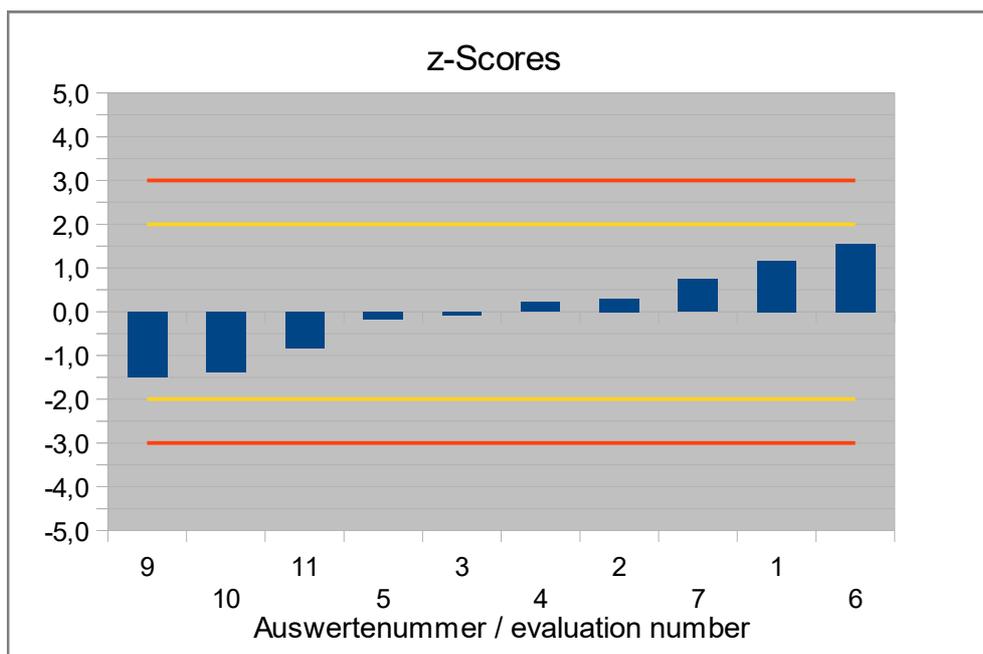


Abb. / Fig. 2: z-Scores Arsen / arsenic

4.2 Ba – Barium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	5,82
Median	5,94
Robuster Mittelwert (X_{pt})	5,83
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,700
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,233
Variationskoeffizient (VK_r)	4,00%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,647
Variationskoeffizient (VK_R)	11,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,716
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,374
Untere Grenze des Zielbereichs	4,40
Obere Grenze des Zielbereichs	7,26
Quotient S^*/σ_{pt}	0,98
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,292
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

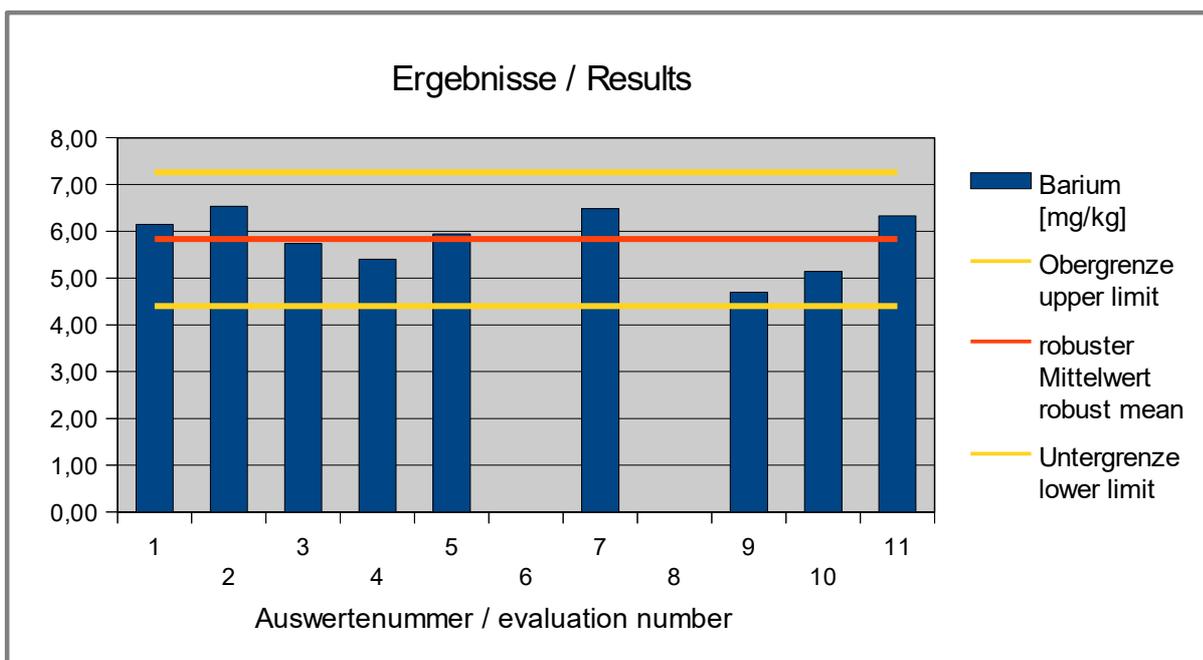


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Barium / Results barium

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

Auswertenummer Evaluation number	Barium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	6,15	0,317	0,44	0,85	
2	6,54	0,704	0,98	1,9	
3	5,74	-0,093	-0,13	-0,25	
4	5,40	-0,433	-0,60	-1,16	
5	5,94	0,107	0,15	0,29	
6					
7	6,48	0,647	0,90	1,73	
8					
9	4,70	-1,133	-1,6	-3,0	
10	5,14	-0,693	-1,0	-1,9	
11	6,33	0,494	0,69	1,32	

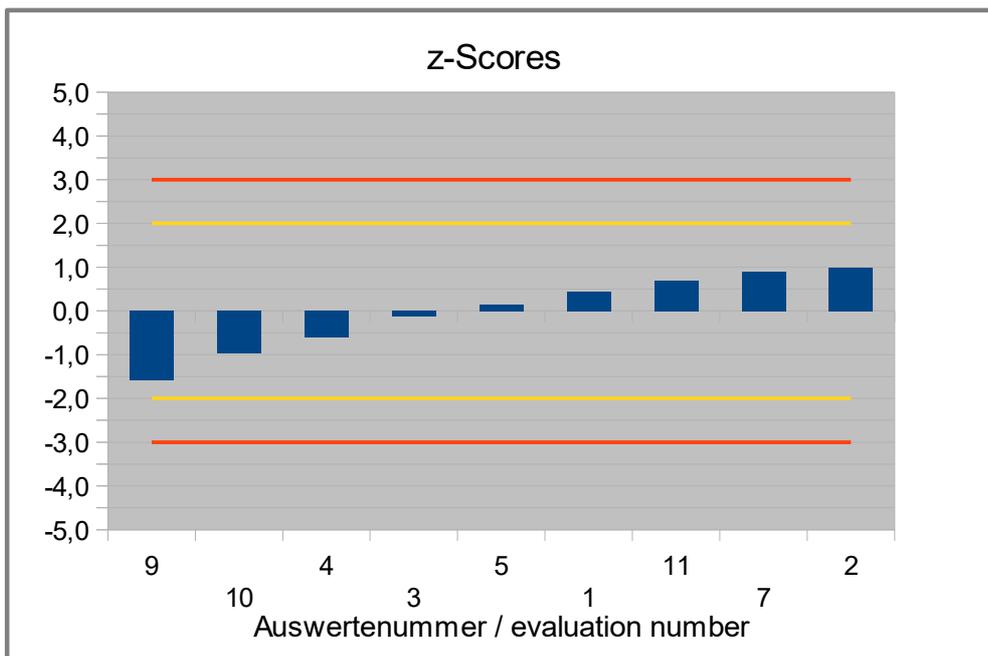


Abb. / Fig. 4: z-Scores Barium

4.3 Cd – Cadmium in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,284
Median	0,292
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,282
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0647
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,015
Variationskoeffizient (VK_r)	5,23%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,063
Variationskoeffizient (VK_R)	22,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0546
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0256
Untere Grenze des Zielbereichs	0,173
Obere Grenze des Zielbereichs	0,391
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0244
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

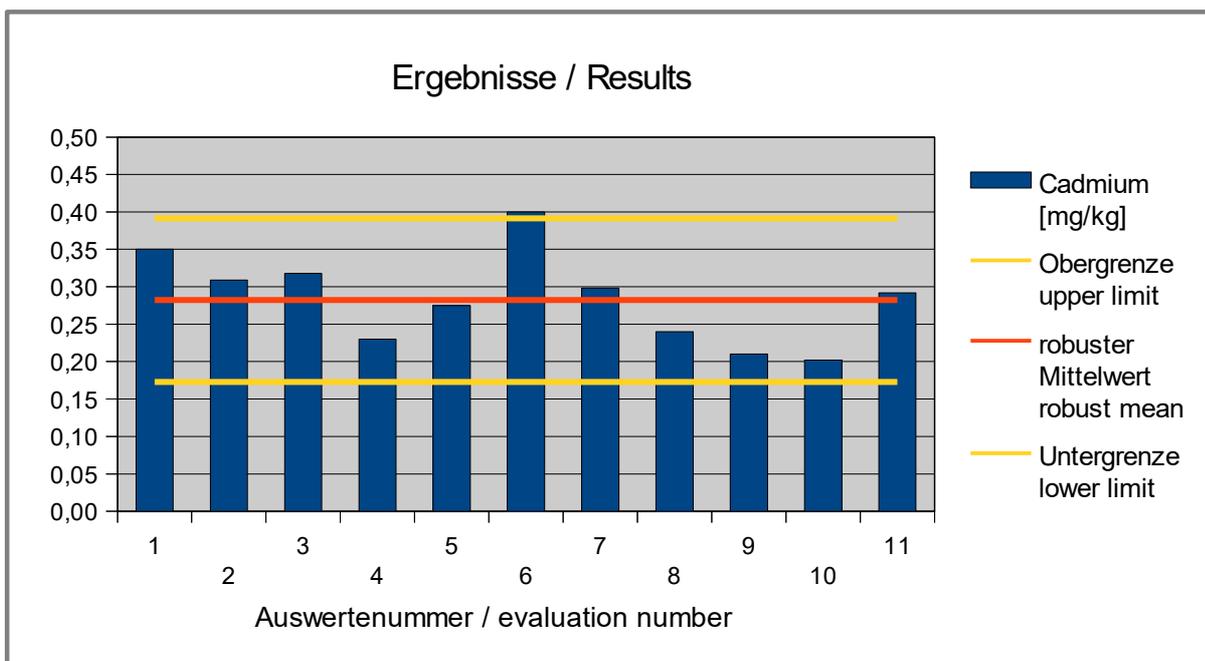


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Cadmium / Results cadmium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Cadmium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,350	0,0678	1,2	2,7	
2	0,309	0,0268	0,49	1,1	
3	0,318	0,0358	0,66	1,4	
4	0,230	-0,0522	-0,96	-2,0	
5	0,275	-0,0072	-0,13	-0,28	
6	0,400	0,1178	2,2	4,6	
7	0,299	0,0163	0,30	0,64	
8	0,240	-0,0422	-0,77	-1,6	
9	0,210	-0,0722	-1,3	-2,8	
10	0,202	-0,0802	-1,5	-3,1	
11	0,292	0,0098	0,18	0,39	

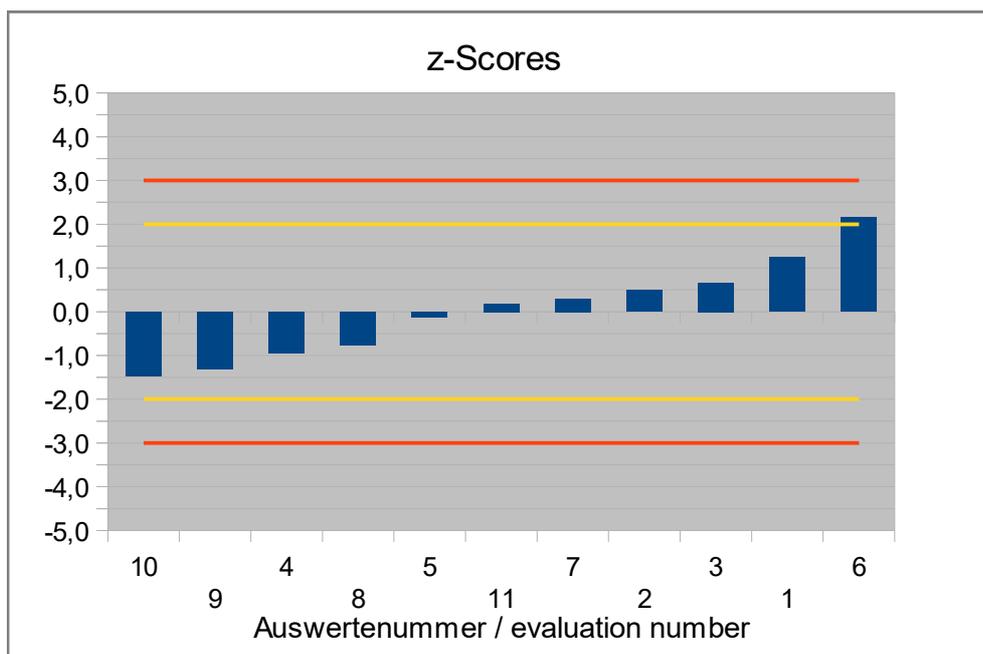


Abb. / Fig. 6: z-Scores Cadmium

4.4 Co – Kobalt in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	8,10
Median	7,90
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8,10
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,918
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,479
Variationskoeffizient (VK_r)	5,93%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,885
Variationskoeffizient (VK_R)	10,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,946
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,366
Untere Grenze des Zielbereichs	6,20
Obere Grenze des Zielbereichs	9,99
Quotient S^*/σ_{pt}	1,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,382
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

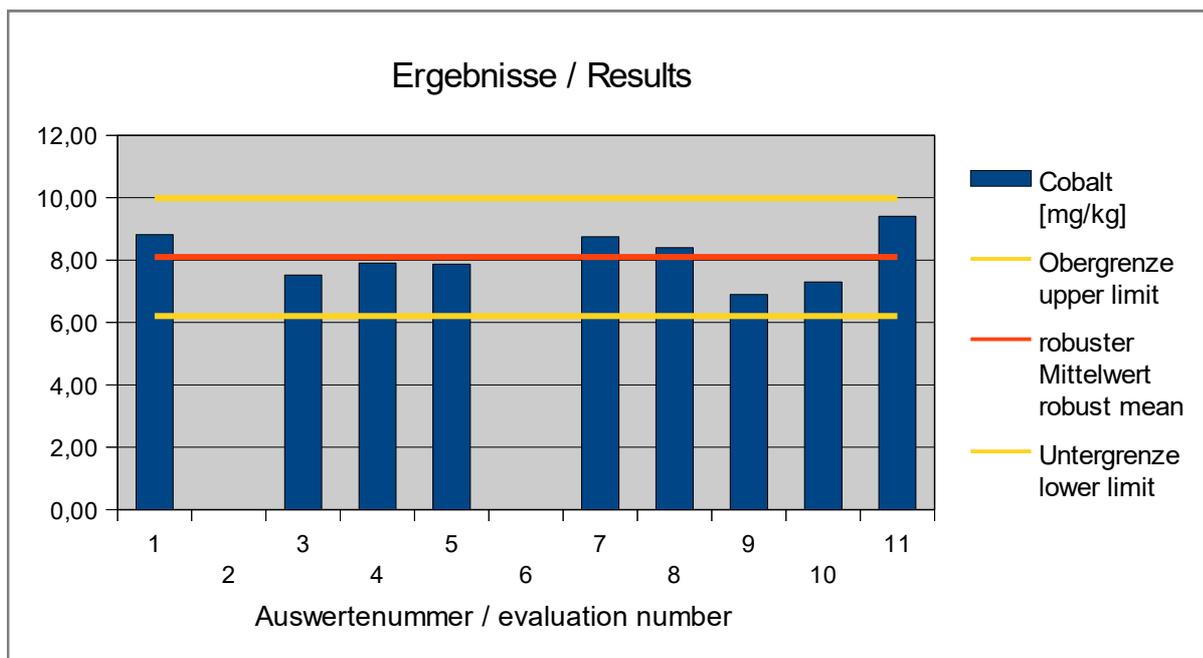


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Kobalt / Results cobalt

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

Auswertenummer Evaluation number	Cobalt [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	8,82	0,724	0,77	2,0	
2					
3	7,52	-0,576	-0,61	-1,6	
4	7,90	-0,196	-0,21	-0,54	
5	7,87	-0,226	-0,24	-0,62	
6					
7	8,75	0,654	0,69	1,79	
8	8,40	0,304	0,32	0,83	
9	6,90	-1,196	-1,3	-3,3	
10	7,30	-0,796	-0,84	-2,2	
11	9,40	1,308	1,4	3,57	



Abb. / Fig. 8: z-Scores Kobalt / cobalt

4.5 Cr – Chrom in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,918
Median	0,918
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,918
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,134
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0473
Variationskoeffizient (VK_r)	5,17%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,124
Variationskoeffizient (VK_R)	13,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,149
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,144
Untere Grenze des Zielbereichs	0,620
Obere Grenze des Zielbereichs	1,22
Quotient S^*/σ_{pt}	0,90
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0556
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

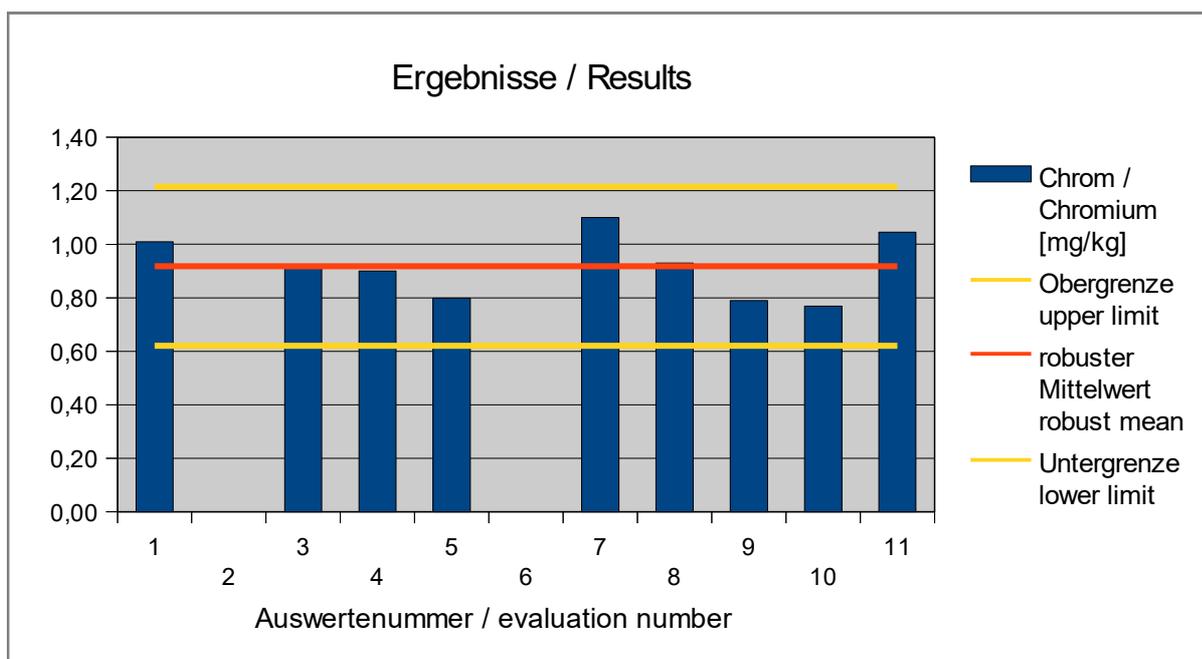


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Chrom / Results chromium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Chrom / Chromium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,010	0,0921	0,62	0,64	
2					
3	0,918	0,0001	0,00	0,00	
4	0,900	-0,0179	-0,12	-0,12	
5	0,799	-0,1189	-0,80	-0,83	
6					
7	1,100	0,1821	1,22	1,27	
8	0,930	0,0121	0,08	0,08	
9	0,790	-0,1279	-0,9	-0,9	
10	0,769	-0,1489	-1,0	-1,0	
11	1,045	0,1271	0,85	0,88	

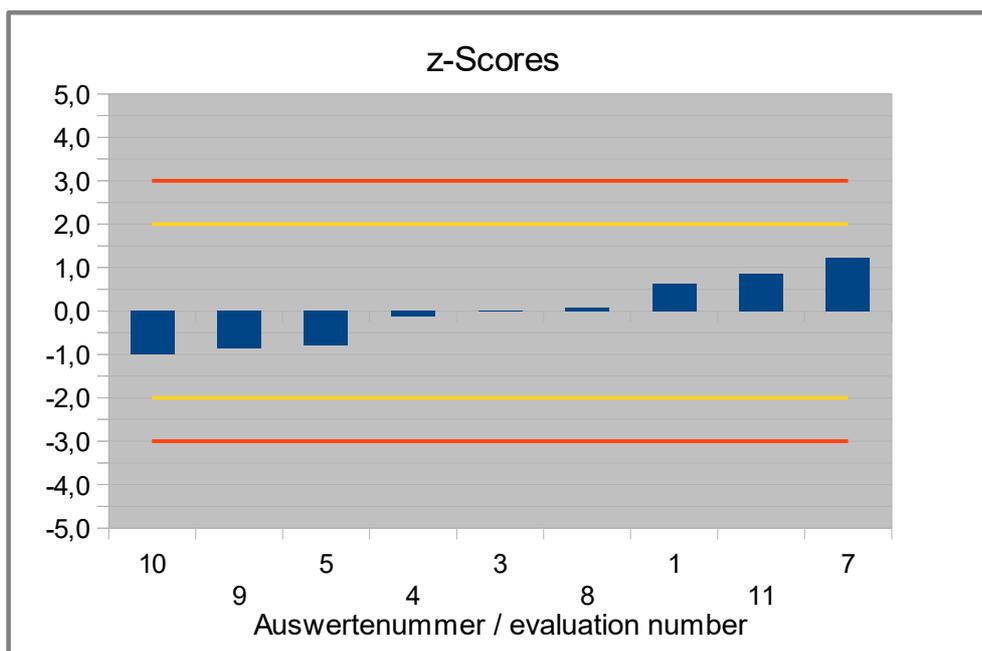


Abb. / Fig. 10: z-Scores Chrom / chromium

4.6 Cu – Kupfer in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	11,1
Median	11,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	11,1
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,886
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,383
Variationskoeffizient (VK_r)	3,44%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,835
Variationskoeffizient (VK_R)	7,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	1,24
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,838
Untere Grenze des Zielbereichs	8,66
Obere Grenze des Zielbereichs	13,6
Quotient S^*/σ_{pt}	0,71
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,369
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	100%

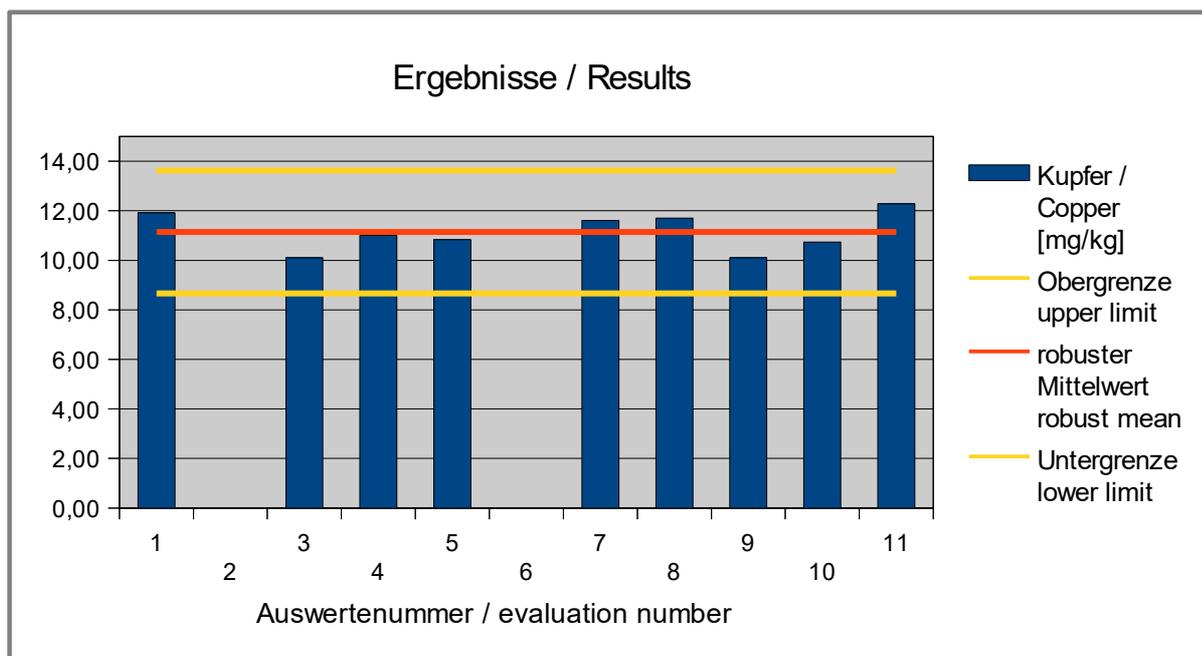


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Kupfer / Results copper

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Kupfer / Copper [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	11,9	0,78	0,63	0,93	
2					
3	10,1	-1,04	-0,84	-1,2	
4	11,0	-0,14	-0,11	-0,17	
5	10,8	-0,31	-0,25	-0,37	
6					
7	11,6	0,46	0,37	0,55	
8	11,7	0,56	0,45	0,67	
9	10,1	-1,04	-0,84	-1,2	
10	10,7	-0,41	-0,33	-0,49	
11	12,3	1,14	0,92	1,4	



Abb. / Fig. 12: z-Scores Kupfer / copper

4.7 Hg – Quecksilber in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,107
Median	0,109
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,105
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0375
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,00830
Variationskoeffizient (VK_r)	7,74%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0378
Variationskoeffizient (VK_R)	35,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0232
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0121
Untere Grenze des Zielbereichs	0,0589
Obere Grenze des Zielbereichs	0,152
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0156
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

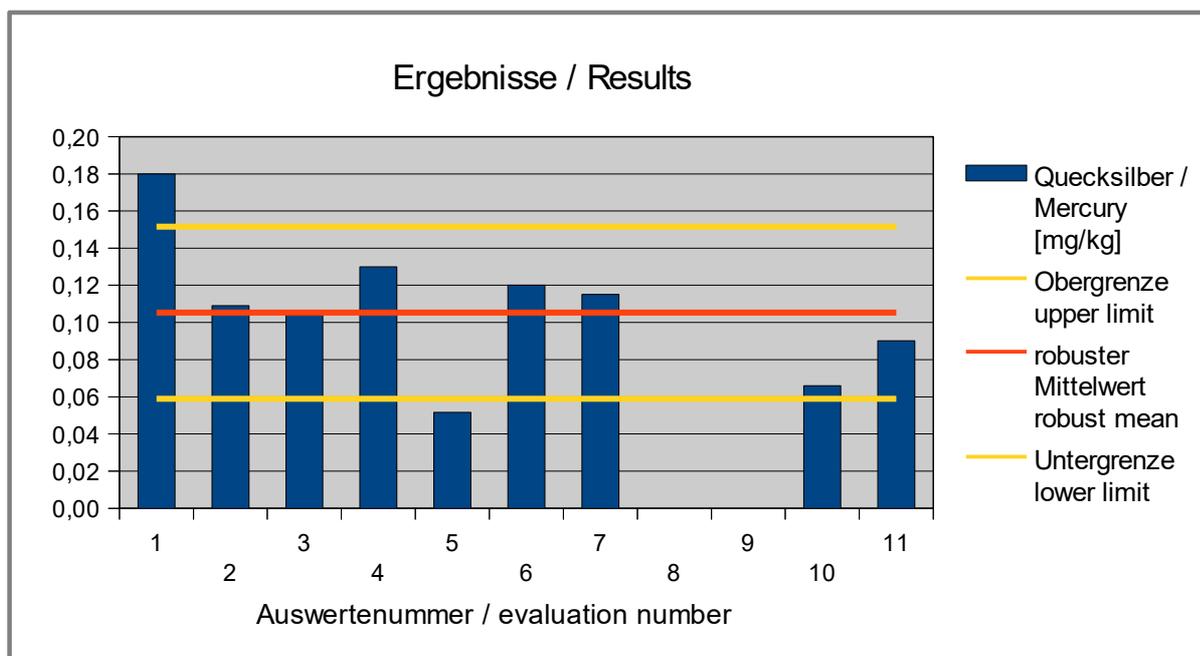


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Quecksilber / Results mercury

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

Auswertenummer Evaluation number	Quecksilber / Mercury [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	0,180	0,0747	3,2	6,2	
2	0,109	0,0037	0,16	0,31	
3	0,104	-0,0013	-0,05	-0,10	
4	0,130	0,0247	1,1	2,0	
5	0,0517	-0,0536	-2,3	-4,4	
6	0,120	0,0147	0,64	1,2	
7	0,115	0,0097	0,42	0,80	
8					
9	< 0,5				
10	0,0660	-0,0393	-1,7	-3,2	
11	0,0901	-0,0152	-0,65	-1,3	

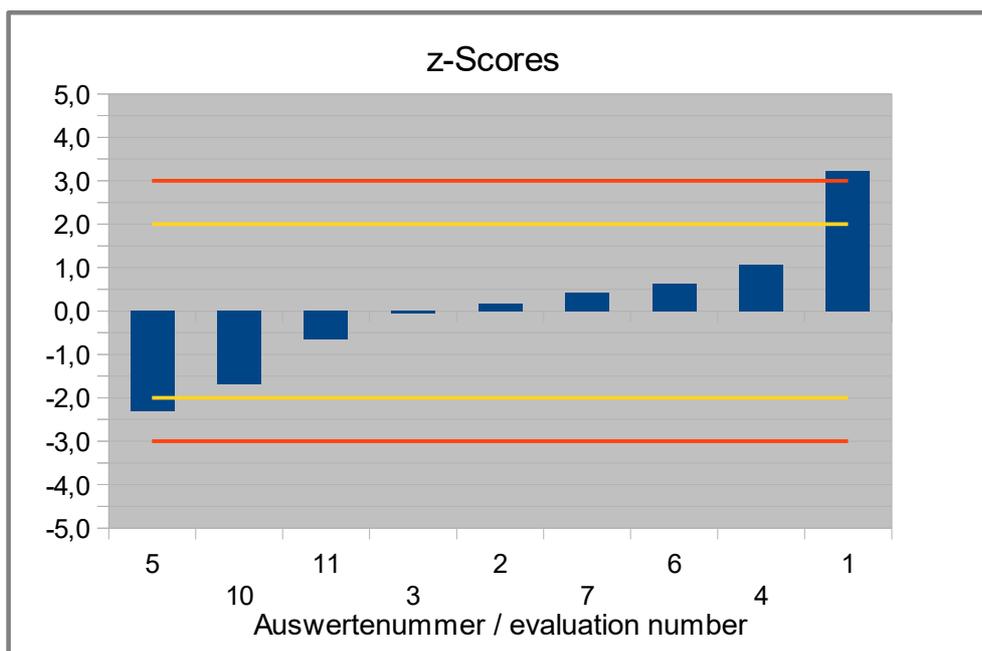


Abb. / Fig. 14: z-Scores Quecksilber / mercury

4.8 Ni – Nickel in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	5,87
Median	6,18
Robuster Mittelwert (X_{pt})	5,92
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,643
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,210
Variationskoeffizient (VK_r)	3,57%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,689
Variationskoeffizient (VK_R)	11,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,725
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,411
Untere Grenze des Zielbereichs	4,47
Obere Grenze des Zielbereichs	7,37
Quotient S^*/σ_{pt}	0,89
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,242
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

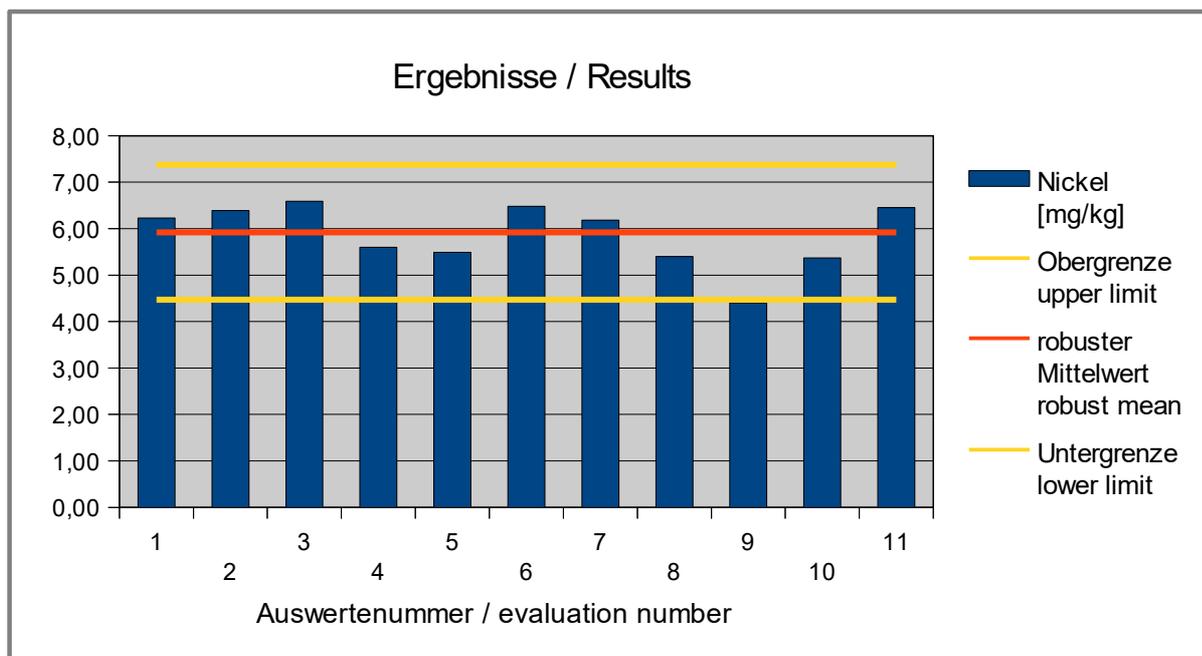


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse Nickel / Results nickel

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Nickel [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	6,23	0,308	0,43	0,75	
2	6,39	0,467	0,64	1,1	
3	6,59	0,668	0,92	1,6	
4	5,60	-0,322	-0,44	-0,78	
5	5,49	-0,432	-0,60	-1,0	
6	6,48	0,558	0,77	1,4	
7	6,18	0,258	0,36	0,63	
8	5,40	-0,522	-0,72	-1,3	
9	4,40	-1,522	-2,1	-3,7	
10	5,37	-0,552	-0,76	-1,3	
11	6,45	0,529	0,73	1,3	

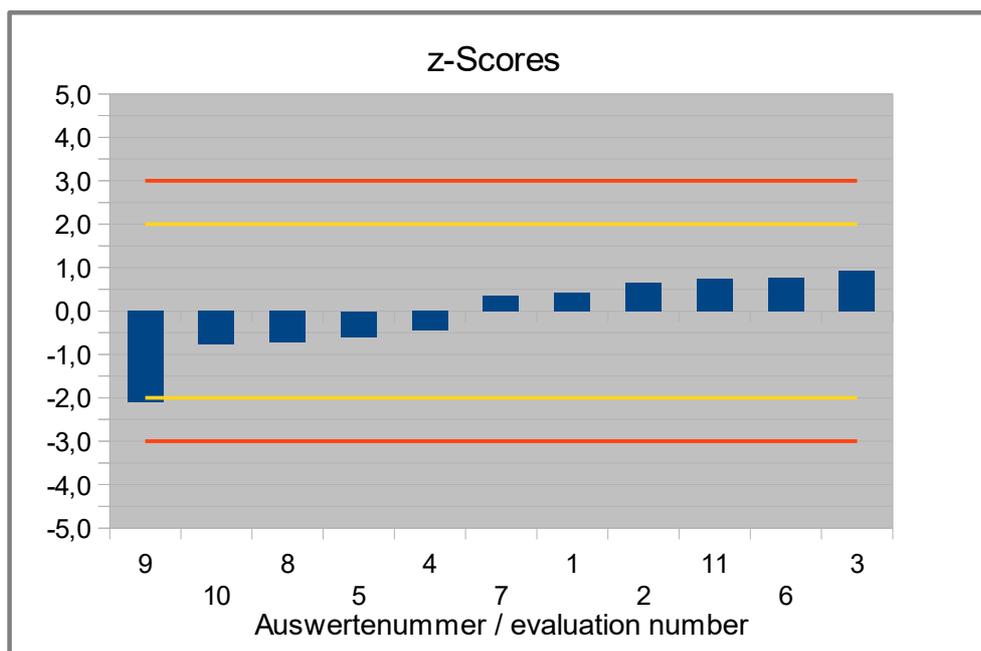


Abb. / Fig. 16: z-Scores Nickel/ nickel

4.9 Pb – Blei in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,51
Median	1,49
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,51
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,225
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0857
Variationskoeffizient (VK_r)	5,66%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,212
Variationskoeffizient (VK_R)	14,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,227
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,123
Untere Grenze des Zielbereichs	1,05
Obere Grenze des Zielbereichs	1,96
Quotient S^*/σ_{pt}	0,99
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0849
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	100%

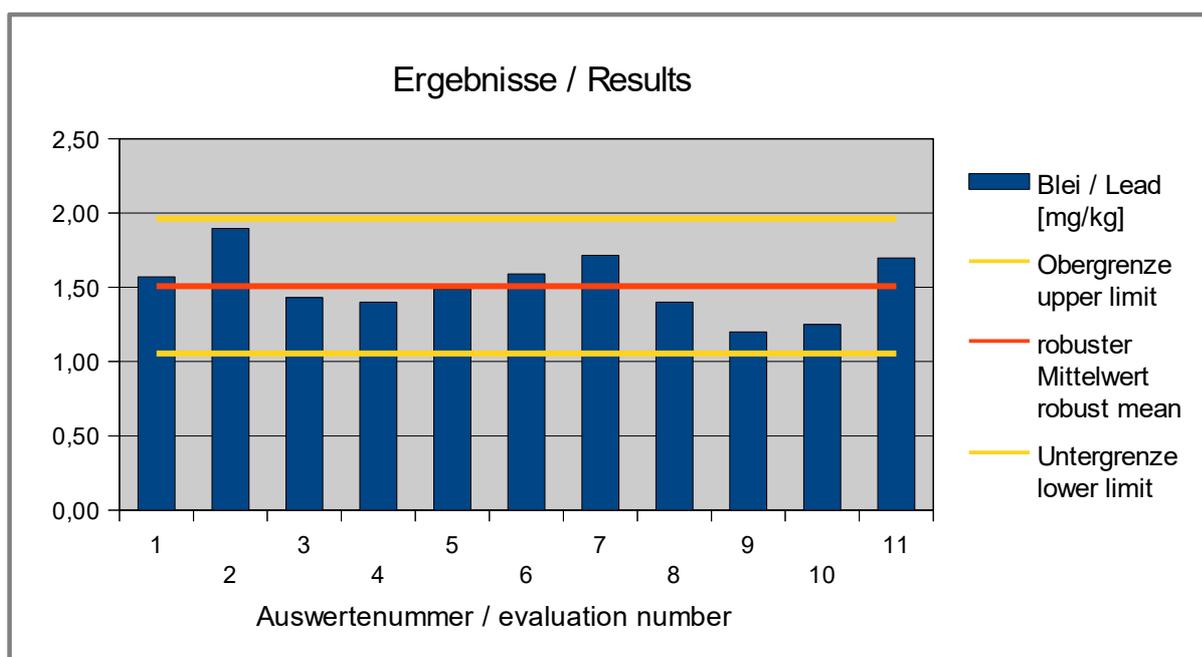


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Blei / Results lead

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Blei / Lead [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,57	0,062	0,27	0,50	
2	1,90	0,387	1,7	3,1	
3	1,43	-0,078	-0,34	-0,63	
4	1,40	-0,108	-0,48	-0,88	
5	1,49	-0,018	-0,08	-0,15	
6	1,59	0,082	0,36	0,67	
7	1,72	0,207	0,91	1,68	
8	1,40	-0,108	-0,48	-0,88	
9	1,20	-0,308	-1,4	-2,5	
10	1,25	-0,258	-1,1	-2,1	
11	1,70	0,189	0,83	1,5	

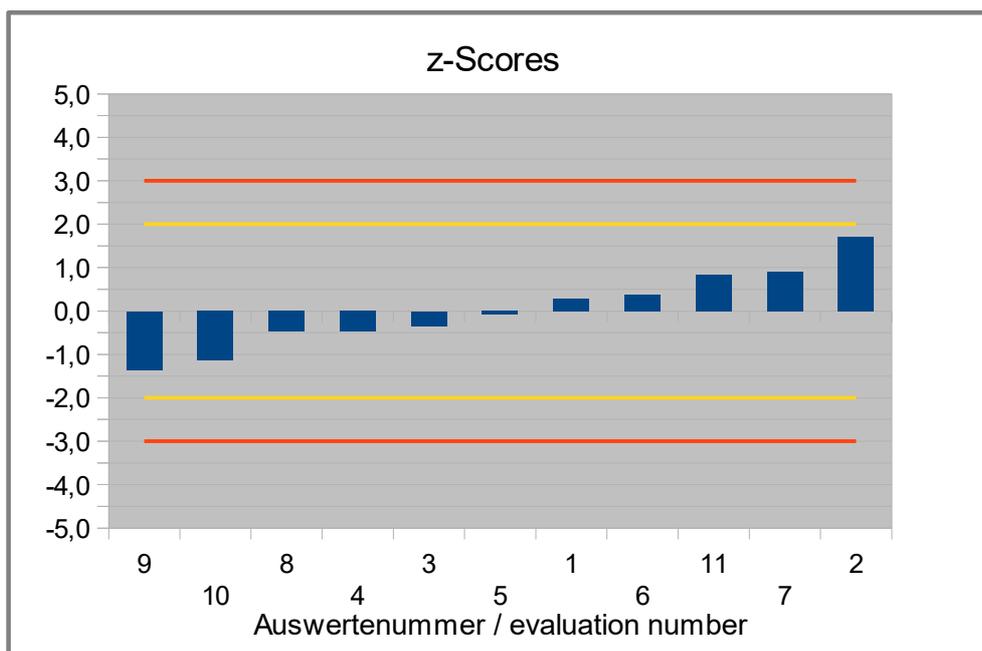


Abb. / Fig. 18: z-Scores Blei / lead

4.10 Sb – Antimon in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,54
Median	2,52
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,53
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,429
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0912
Variationskoeffizient (VK_r)	3,58%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,413
Variationskoeffizient (VK_R)	16,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,352
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,205
Untere Grenze des Zielbereichs	1,82
Obere Grenze des Zielbereichs	3,23
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,170
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	90%

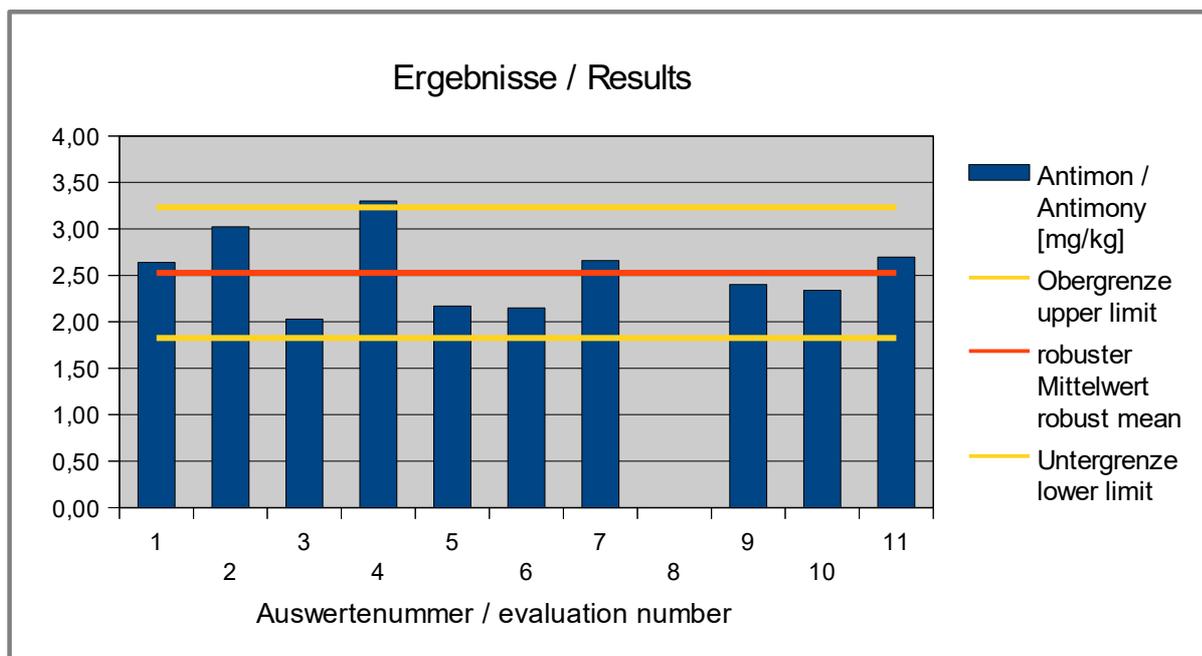


Abb. / Fig. 19: Ergebnisse Antimon / Results antimony

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Antimon / Antimony [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2,64	0,112	0,32	0,54	
2	3,02	0,496	1,4	2,4	
3	2,03	-0,498	-1,4	-2,4	
4	3,30	0,772	2,2	3,8	
5	2,17	-0,358	-1,0	-1,7	
6	2,15	-0,378	-1,1	-1,8	
7	2,66	0,132	0,37	0,64	
8					
9	2,40	-0,128	-0,36	-0,62	
10	2,34	-0,188	-0,53	-0,92	
11	2,70	0,167	0,47	0,81	

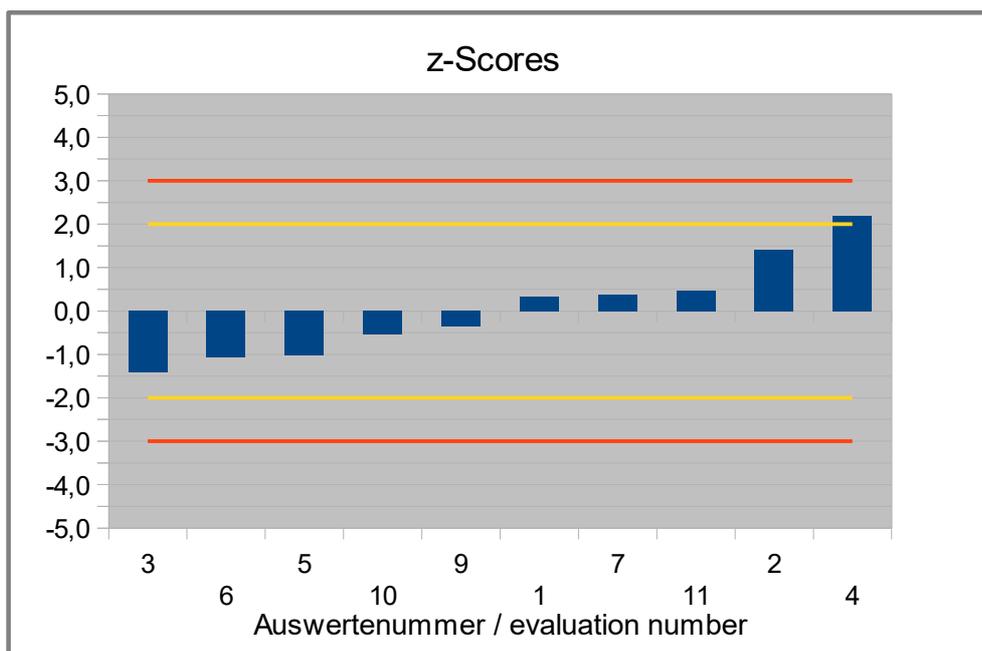


Abb. / Fig. 20: z-Scores Antimon / antimony

4.11 Se – Selen in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,66
Median	1,62
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,66
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,363
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0409
Variationskoeffizient (VK_r)	2,48%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,323
Variationskoeffizient (VK_R)	19,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,246
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,164
Untere Grenze des Zielbereichs	1,17
Obere Grenze des Zielbereichs	2,15
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,160
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	88%

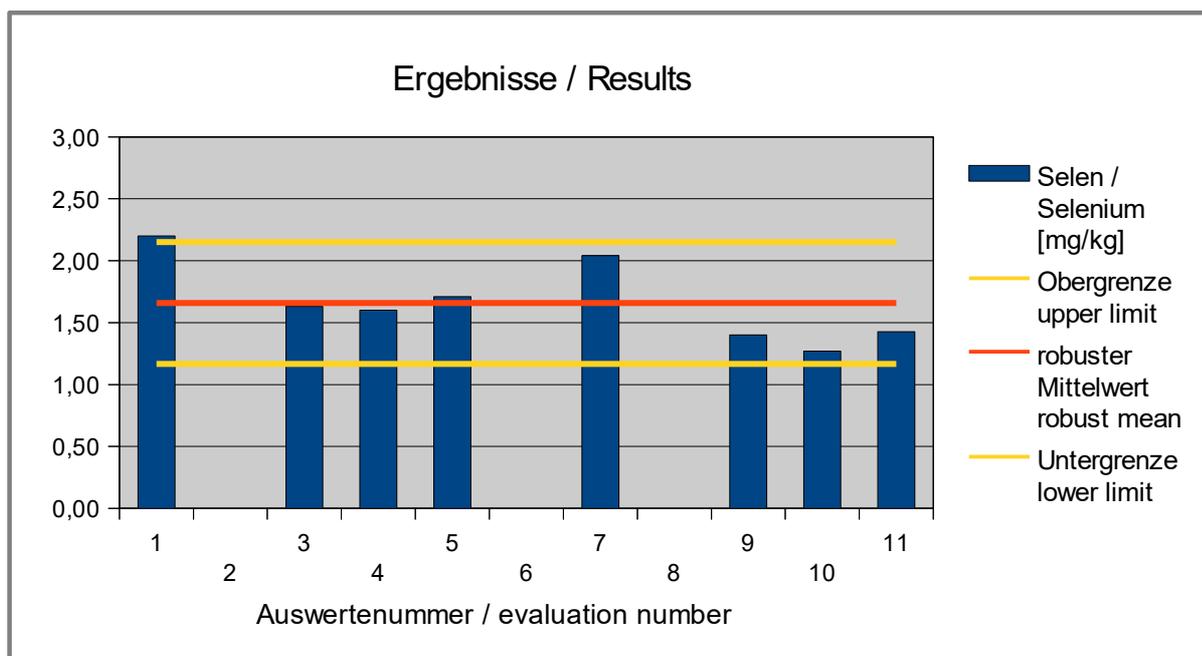


Abb. / Fig. 21: Ergebnisse Selen / Results Selenium

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Selen / Selenium [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2,20	0,541	2,2	3,3	
2					
3	1,63	-0,030	-0,12	-0,18	
4	1,60	-0,059	-0,24	-0,36	
5	1,71	0,051	0,21	0,31	
6					
7	2,04	0,381	1,5	2,3	
8					
9	1,40	-0,260	-1,1	-1,6	
10	1,27	-0,390	-1,6	-2,4	
11	1,43	-0,234	-0,95	-1,4	

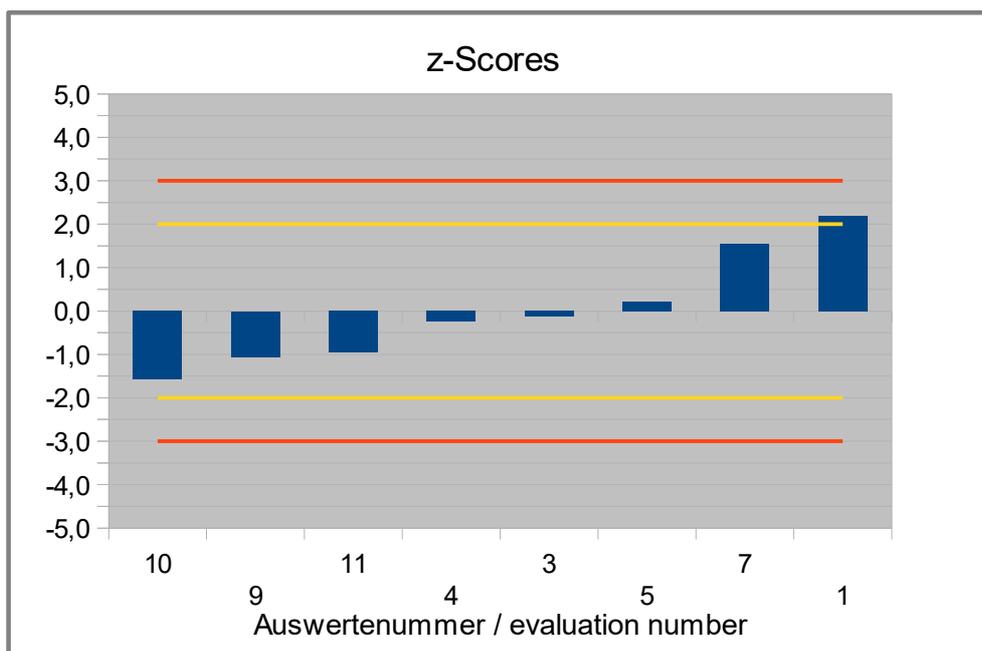


Abb. / Fig. 22: z-Scores Selen / selenium

4.12 Sn – Zinn in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,23
Median	3,29
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,20
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,677
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,142
Variationskoeffizient (VK_r)	4,39%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,657
Variationskoeffizient (VK_R)	20,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,429
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,185
Untere Grenze des Zielbereichs	2,34
Obere Grenze des Zielbereichs	4,06
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,299
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	88%

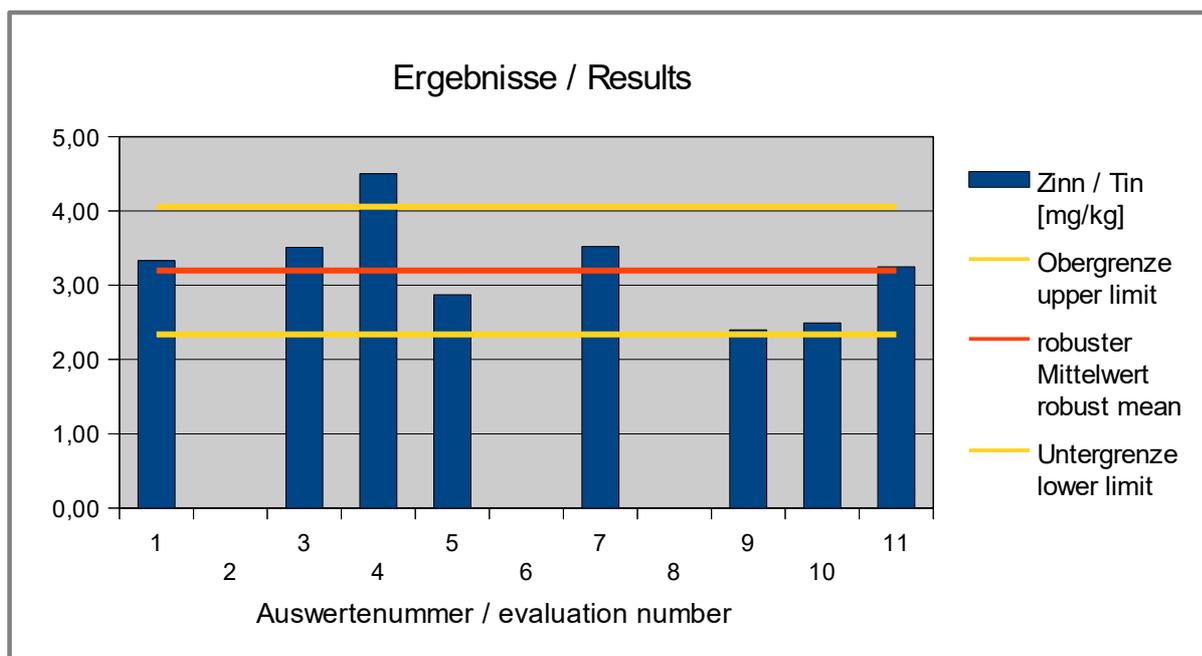


Abb. / Fig. 23: Ergebnisse Zinn / Results tin

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Zinn / Tin [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,33	0,133	0,31	0,72	
2					
3	3,51	0,313	0,73	1,7	
4	4,50	1,303	3,0	7,1	
5	2,87	-0,327	-0,76	-1,8	
6					
7	3,52	0,323	0,75	1,7	
8					
9	2,40	-0,797	-1,9	-4,3	
10	2,49	-0,707	-1,6	-3,8	
11	3,25	0,049	0,11	0,26	

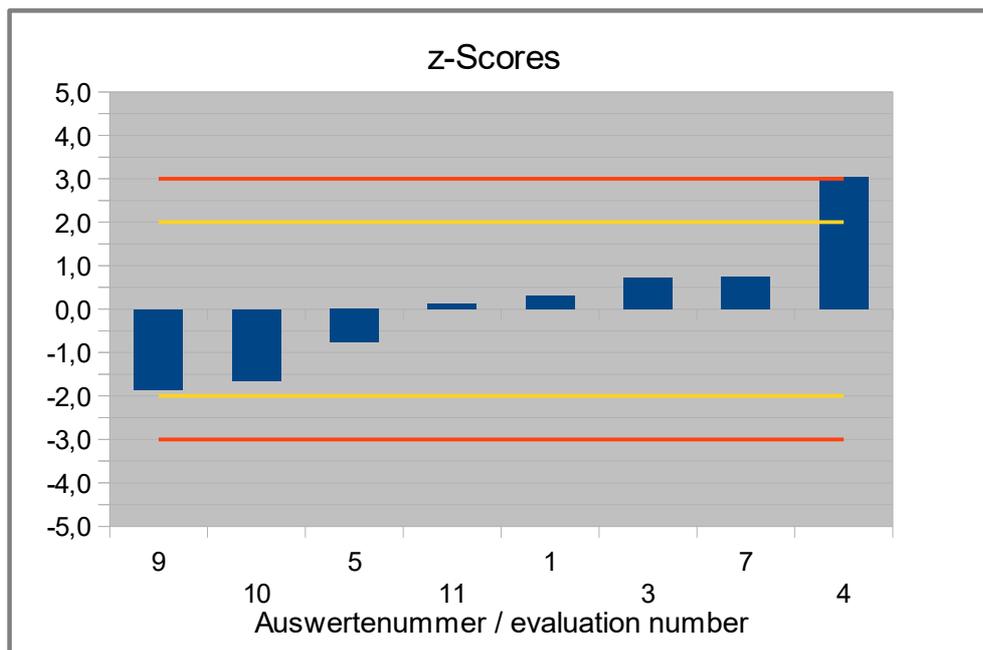


Abb. / Fig. 24: z-Scores Zinn / tin

4.13 Zn – Zink in mg/kg

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	5,24
Median	5,39
Robuster Mittelwert (X_{pt})	5,30
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,32
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,249
Variationskoeffizient (VK_r)	4,75%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,31
Variationskoeffizient (VK_R)	25,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,660
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,413
Untere Grenze des Zielbereichs	3,98
Obere Grenze des Zielbereichs	6,62
Quotient S^*/σ_{pt}	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,551
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

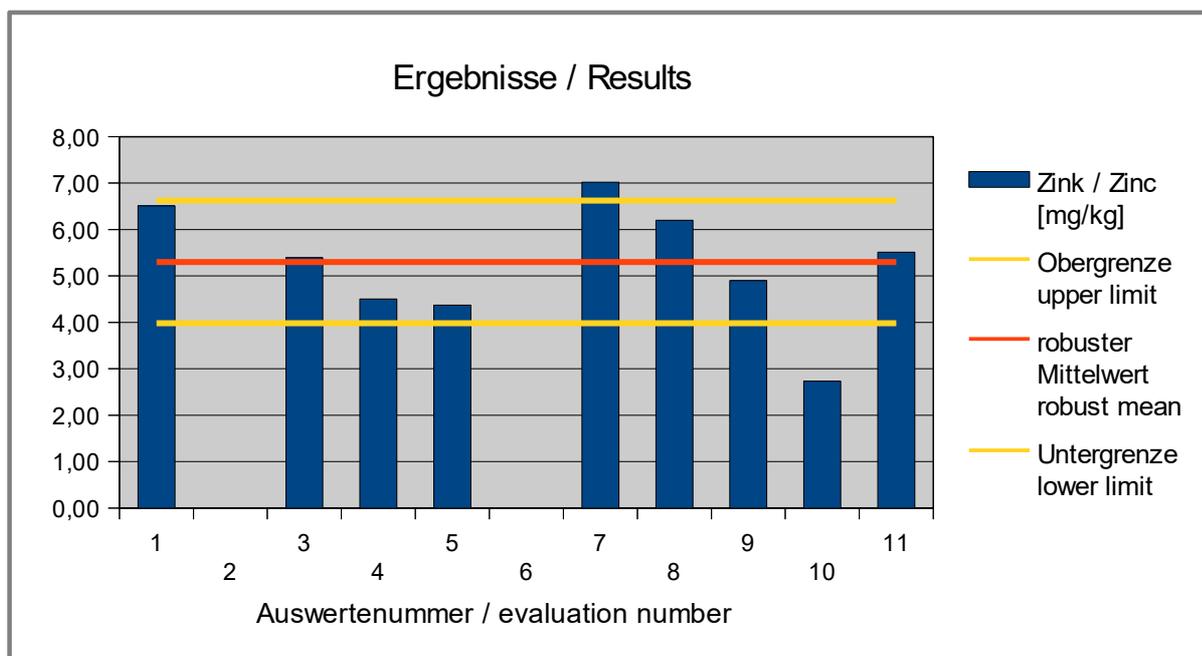


Abb. / Fig. 25: Ergebnisse Zink / Results zinc

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Zink / Zinc [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	6,51	1,208	1,8	2,9	
2					
3	5,39	0,088	0,13	0,21	
4	4,50	-0,802	-1,2	-1,9	
5	4,37	-0,932	-1,4	-2,3	
6					
7	7,02	1,718	2,6	4,2	
8	6,20	0,898	1,4	2,2	
9	4,90	-0,402	-0,61	-0,97	
10	2,73	-2,572	-3,9	-6,2	
11	5,51	0,208	0,32	0,50	

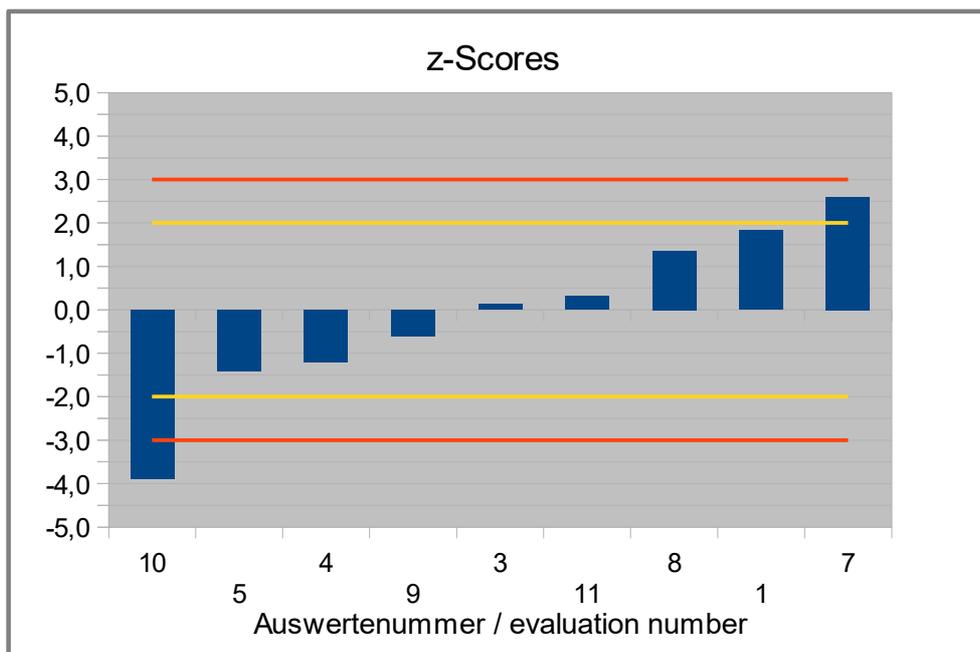


Abb. / Fig. 26: z-Scores Zink / zinc

4.14 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Auswertenummer	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Sb	Se	Sn	Zn
1	1,2	0,44	1,2	0,77	0,62	0,63	3,2	0,43	0,27	0,32	2,2	0,31	1,8
2	0,30	0,98	0,5				0,16	0,64	1,7	1,4			
3	-0,09	-0,13	0,7	-0,61	0,00	-0,84	-0,05	0,92	-0,34	-1,4	-0,12	0,73	0,13
4	0,21	-0,60	-0,96	-0,21	-0,12	-0,11	1,1	-0,44	-0,48	2,2	-0,24	3,0	-1,22
5	-0,17	0,15	-0,13	-0,24	-0,80	-0,25	-2,3	-0,60	-0,08	-1,0	0,21	-0,76	-1,41
6	1,5		2,2				0,64	0,77	0,36	-1,1			
7	0,75	0,90	0,30	0,69	1,22	0,37	0,42	0,36	0,91	0,37	1,55	0,75	2,60
8			-0,77	0,32	0,08	0,45		-0,72	-0,48				1,4
9	-1,5	-1,6	-1,32	-1,26	-0,86	-0,84		-2,1	-1,4	-0,36	-1,05	-1,9	-0,6
10	-1,4	-0,97	-1,47	-0,84	-1,00	-0,33	-1,7	-0,76	-1,1	-0,53	-1,58	-1,6	-3,9
11	-0,83	0,69	0,18	1,38	0,85	0,92	-0,65	0,73	0,83	0,47	-0,95	0,11	0,3

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

- 2 ≤ z-score ≤ 2 erfolgreich / successful (in green)
- 2 > z-score > 2 „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)
- 3 > z-score > 3 „Eingriffssignal“ / action signal (in red)

5. Dokumentation

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

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
As	1	mg/kg	27	31	06.10.20	2,1	2,11	2,08		nein	100,03
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	1,872	1,91	1,833	1	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	1,77	1,75	1,78	0,01	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	1,85	1,89	1,84	0,05	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	1,75	1,79	1,72	0,02	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	2,2	2,18	2,21	0,5	Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	1,99	1,99	1,99	0,5	nein	110
	8	mg/kg	20	38							
	9	mg/kg	6	52	27.10.	1,4	1,42	1,46	0,001	ja	104
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	1,43	1,43	1,43	0,0148	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	1,575	1,565	1,586	keine	ja	80-120

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 %
Ba	1	mg/kg	27	31	06.10.20	6,15	6,28	6,02		nein	107
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	6,537	6,558	6,516	0,1	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	5,74	5,64	5,83	0,003	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	5,4	5,56	5,25	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	5,94	6,14	5,75	0,002	nein	
	6	mg/kg	22	36						Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	6,48	6,42	6,54	0,5	nein	115
	8	mg/kg	20	38							
	9	mg/kg	6	52	27.10.	4,7	4,48	5	0,0001	ja	102
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	5,14	5,43	4,86	0,0114	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	6,327	6,264	6,39	keine	ja	80-120

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 %
Cd	1	mg/kg	27	31	06.10.20	0,35	0,36	0,34		nein	100,7
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	0,309	0,307	0,311	0,02	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	0,318	0,342	0,330	0,001	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	0,23	0,22	0,23	0,02	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	0,275	0,289	0,261	0,003	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	0,4	0,39	0,4	0,1		
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	0,2985	0,299	0,298	0,2	nein	110
	8	mg/kg	20	38	12.11.	0,24	0,23	0,24	0,05	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	0,21	0,19	0,23	0,0005	ja	105
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	0,202	0,222	0,182	0	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	0,292	0,29	0,293	0,002	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Co	1	mg/kg	27	31	06.10.20	8,82	8,91	8,72		nein	103,2
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	7,52	7,12	7,93	0,001	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	7,9	8,1	7,5	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	7,87	7,88	7,85	0,0002	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	8,75	8,69	8,81		nein	90
	8	mg/kg	20	38	29.10.	8,4	8,12	8,74	2,1	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	6,9	6,41	7,34	0,0001	ja	108
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	7,3	7,96	6,65	0,0007	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	9,404	9,246	9,563	0,006	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Cr	1	mg/kg	27	31	06.10.20	1,01	1,02	1		nein	100,9
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	0,918	0,892	0,943	0,001	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	0,9	0,91	0,85	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	0,799	0,824	0,775	0,002	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	1,1	1,08	1,12		nein	110
	8	mg/kg	20	38	28.10.	0,93	0,9	0,96	0,15	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	0,79	0,74	0,83	0,0003	ja	107
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	0,769	0,836	0,702	0,0307	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	1,045	1,043	1,047	0,03	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Cu	1	mg/kg	27	31	06.10.20	11,92	12,14	11,7		nein	
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	10,1	10,0	10,2	0,002	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	11	11,2	10,7	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	10,83	10,87	10,78	0,005	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	11,6	11,6	11,6		nein	80
	8	mg/kg	20	38	29.10.	11,7	11,41	12,08	2,5	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	10,1	9,66	10,5	0,0004	ja	103
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	10,73	11,21	10,26	0,0292	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	12,283	12,135	12,431	0,02	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Hg	1	mg/kg	27	31	06.10.20	0,18	0,18	0,18		nein	100
	2	mg/kg	23	35	23.09.20	0,109	0,108	0,11	0,0001	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	0,104	0,099	0,109	0,001	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	0,13	0,14	0,12	0,01	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	0,0517	0,0569	0,0465	-	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	0,12	0,13	0,11	0,1	Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	0,115	0,121	0,109	0,1	nein	90
	8	mg/kg	20	38						nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	<0,5	<0,5	<0,5	0,0005	ja	94
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	0,066	0,07	0,061	0,0062	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	0,0901	0,091	0,089	keine	ja	80-120

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 %
Ni	1	mg/kg	27	31	06.10.20	6,23	6,3	6,15		nein	99
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	6,389	6,446	6,333	1	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	6,59	6,32	6,86	0,004	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	5,6	5,78	5,44	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	5,49	5,55	5,44	0,003	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	6,48	6,42	6,53	1	Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	6,18	6,22	6,14	0,5	nein	95
	8	mg/kg	20	38	29.10.	5,4	5,22	5,64	2,5	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	4,4	4,34	4,46	0,0003	ja	108
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	5,37	5,63	5,12	0,0119	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	6,451	6,348	6,553	0,02	ja	80-120

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 %
Pb	1	mg/kg	27	31	06.10.20	1,57	1,61	1,53		nein	95
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	1,895	1,896	1,894	0,1	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	1,43	1,39	1,47	0,002	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	1,4	1,43	1,33	0,05	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	1,49	1,56	1,42	0,005	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	1,59	1,6	1,57	1	Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	1,715	1,73	1,7	0,5	nein	110
	8	mg/kg	20	38	28.10.	1,4	1,32	1,45	0,7	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	1,2	1,18	1,3	0,002	ja	109
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	1,25	1,4	1,11	0,0038	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	1,697	1,675	1,719	0,004	ja	80-120

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 %
Sb	1	mg/kg	27	31	06.10.20	2,64	2,65	2,63		nein	100,5
	2	mg/kg	23	35	05.10.20	3,024	3,036	3,013	0,12	ja	100
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	2,03	2,04	2,03	0,005	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	3,3	3,43	3,22	0,05	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	2,17	2,2	2,14	0,0005	nein	
	6	mg/kg	22	36	05.11.20	2,15	2,16	2,13	0,5	Nein	
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	2,66	2,62	2,7	0,5	nein	115
	8	mg/kg	20	38							
	9	mg/kg	6	52	27.10.	2,4	2,32	2,57	0,004	ja	103
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	2,34	2,44	2,23	0,0152	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	2,695	2,664	2,725	0,007	ja	80-120

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	1	mg/kg	27	31	06.10.20	2,2	2,2	2,2		nein	108
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	1,63	1,61	1,65	0,1	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	1,6	1,5	1,6	0,2	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	1,71	1,76	1,66	0,03	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	2,04	2,02	2,06		nein	120
	8	mg/kg	20	38							
	9	mg/kg	6	52	27.10.	1,4	1,41	1,39	0,001	ja	105
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	1,27	1,28	1,26	0,0002	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	1,426	1,399	1,452	0,08	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Sn	1	mg/kg	27	31	06.10.20	3,33	3,26	3,39		nein	
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	3,51	3,76	3,64	0,001	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	4,5	4,5	4,2	0,2	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	2,87	2,99	2,74	0,003	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	3,52	3,54	3,5		nein	115
	8	mg/kg	20	38							
	9	mg/kg	6	52	27.10.	2,4	2,29	2,49	0,0007	ja	108
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	2,49	2,64	2,34	0,0053	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	3,246	3,204	3,289	keine	ja	80-120

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Zn	1	mg/kg	27	31	06.10.20	6,51	6,62	6,4		nein	
	2	mg/kg	23	35							
	3	mg/kg	05	53	13.10.20	5,39	5,34	5,45	0,02	nein	
	4	mg/kg	9	49	30.10.20	4,5	4,65	4,35	0,1	nein	
	5	mg/kg	14	44	30.10.20	4,37	4,57	4,16	0,04	nein	
	6	mg/kg	22	36							
	7	mg/kg	21	37	09.11.20	7,02	7,09	6,95		nein	70
	8	mg/kg	20	38	30.10.	6,2	5,94	6,42	5	nein	/
	9	mg/kg	6	52	27.10.	4,9	4,88	5,01	0,0003	ja	109
	10	mg/kg	6	46	27.10.20	2,73	3,06	2,4	0,1556	nein	
	11	mg/kg	2	56	24.09.20	5,51	5,357	5,663	0,05	ja	80-120

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	
As / Sb	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-31	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	ICP-MS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO3 / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6	Messung in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ASU K 84.00-29	ICP-MS	0,5 - 5 mg/kg	Nein	ja	
	7	ASU K84.00-31:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8							Nicht analysiert
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	Nein	

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	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-31	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	ICP-MS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6							
	7	ASU K84.00-31:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8							Nicht analysiert
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	Nein	

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	
Cd	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-31	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	ICP-MS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO3 / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6	Messung in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ASU K 84.00-29	ICP-MS	0,1 - 5 mg/kg	Nein	ja	
	7	ASU K84.00-31:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8	2011-0280601-91D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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		
Co	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine	
	2		mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss						
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein		
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO3 / HF	ICP-MS				ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29					nein	
	6								
	7	DIN EN ISO 17294-2:2017-01	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	keine BG für diese Matrix	
	8	2011-0612501-06D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja		
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja		
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja		
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	
Cr	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2		mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss					
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6							
	7	DIN EN ISO 17294-2:2017-01	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	keine BG für diese Matrix
	8	2011-0281301-91D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2		mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss					
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6							
	7	DIN EN ISO 17294-2:2017-01	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	keine BG für diese Matrix
	8	2011-0281201-91D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	
Hg	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-33	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	Kaltdampf-AAS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6	Messung in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ASU K 84.00-29	ICP-MS	0,1 - 5 mg/kg	Nein	ja	
	7	ASU K84.00-33:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	Kaltdampftechnik	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8							Nicht analysiert
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	Nein	

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	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-31	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	ICP-MS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6	Messung in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ASU K 84.00-29	ICP-MS	1 - 5 mg/kg	Nein	ja	
	7	ASU K84.00-31:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8	2011-0402201-93D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine
	2	ASU K 84.00-31	mikrowellenbasierter Hochdruckaufschluss	ICP-MS			ja	
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein	
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO3 / HF	ICP-MS			ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29				nein	
	6	Messung in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ASU K 84.00-29	ICP-MS	1 - 5 mg/kg	Nein	ja	
	7	ASU K84.00-31:2016-07	Aufschluss nach ASU K84.00- 29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	BG Matrix Kosmetik
	8	2011-0263002-91D	Mikrowellenaufschluss	/	Standardadd.	nein	ja	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja	
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss				ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	
			Auflösung: Methode / Lösung			ja / nein	ja / nein		
Se / Sn	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine	
	2								
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein		
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO3 / HF	ICP-MS				ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29					nein	
	6								
	7	DIN EN ISO 17294-2:2017-01	Auflösung nach ASU K84.00-29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	keine BG für diese Matrix	
	8							Nicht analysiert	
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja		
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss					ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	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	1	PRÜ 511 SERMS	Einwaage Mikrowellendruckaufschluss	ICP MS	0 - 100 µg/l	nein	ja	keine	
	2								
	3	§64 K 28.00-31	§64 K 28.00-29				nein		
	4	Quantitative Bestimmung gemäß DIN EN ISO 17294-2 (01/2017) DIN EN 16711-1 (04/2014) Bestimmung von Metallen - Mikrowellendruckaufschluss	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ / HF	ICP-MS				ja	
	5	§64 K28.00-31	§64 K28.00-29					nein	
	6								
	7	DIN EN ISO 17294-2:2017-01	Aufschluss nach ASU K84.00-29:2016-07	ICP-MS	Mischung aus zertifizierten Einzelstandards	ja	ja	keine BG für diese Matrix	
	8	2011-0280802-94D	Mikrowellenaufschluss	/	Externe Kalibr.	nein	ja		
	9	2011-0479301-94D	2011-0440701-93D		Ext. Kalibration	nein	ja		
	10	2011-0366401-92D	Mikrowellenaufschluss					ja	
	11	Quantitative Analyse ICP-MS	Mikrowellendruckaufschluss	Quantitative Analyse ICP-MS	externe Kalibration und Referenzwasser	nein	ja		

5.2 Homogenität

5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

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

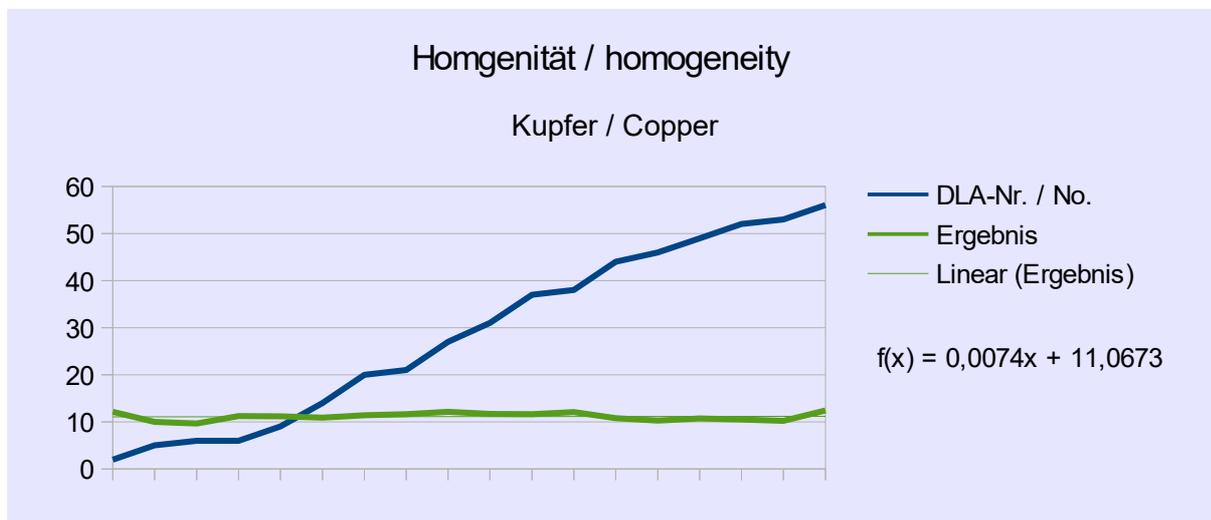
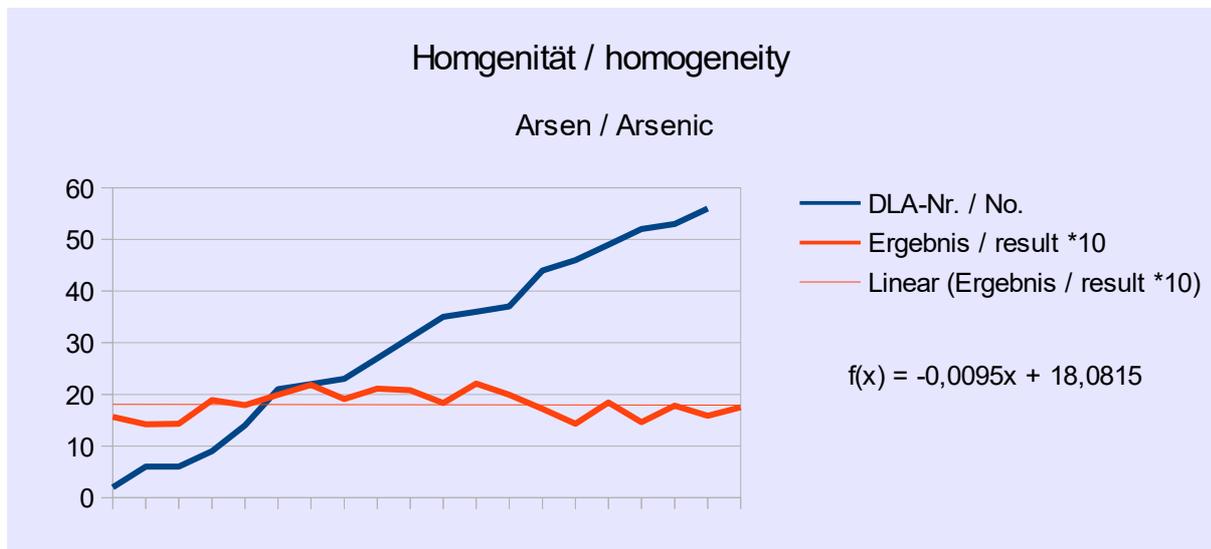


Abb./Fig. 27: Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: Arsen (1*10 dargestellt) und Kupfer
 trend line function sample number vs. results: arsenic (1*10 shown) and copper

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

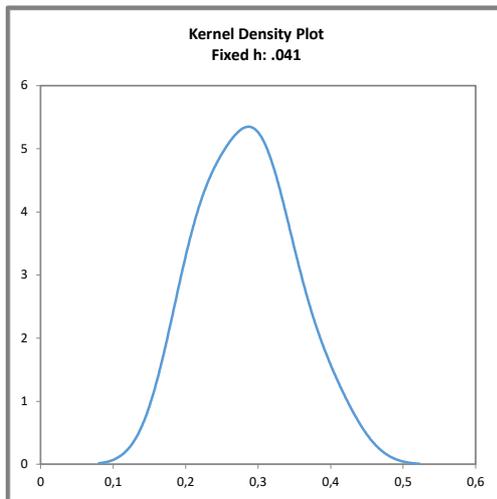
Abbildungen:

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

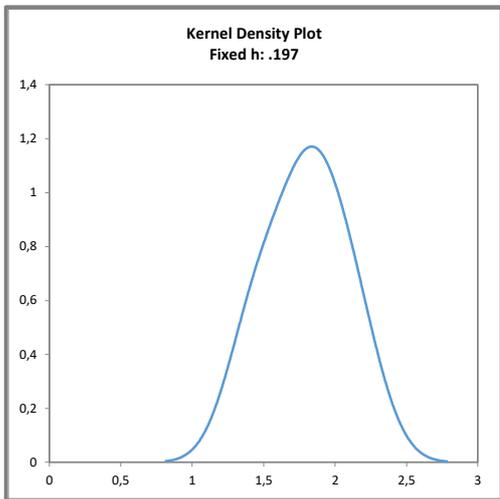
Figures:

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

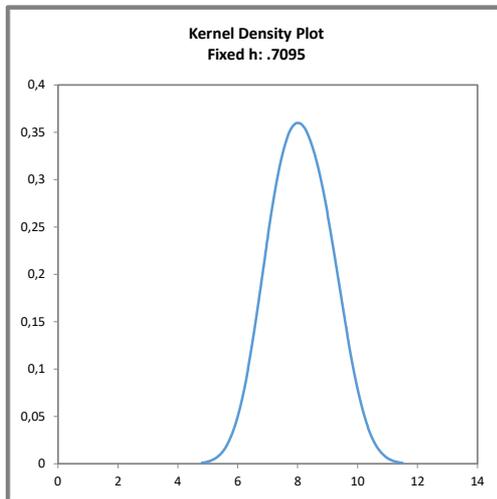
Cd



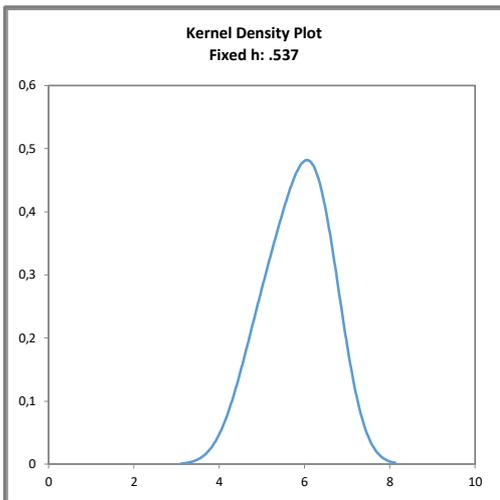
As



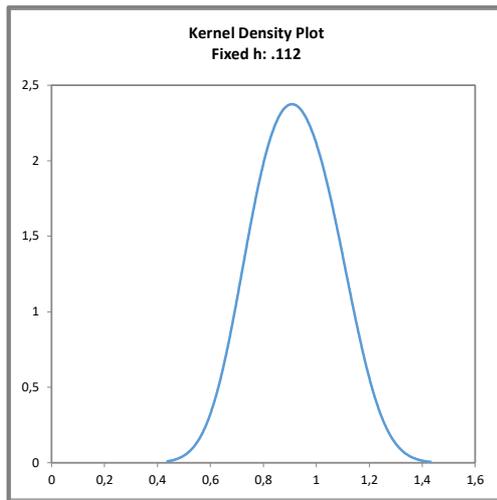
Co



Ba



Cr



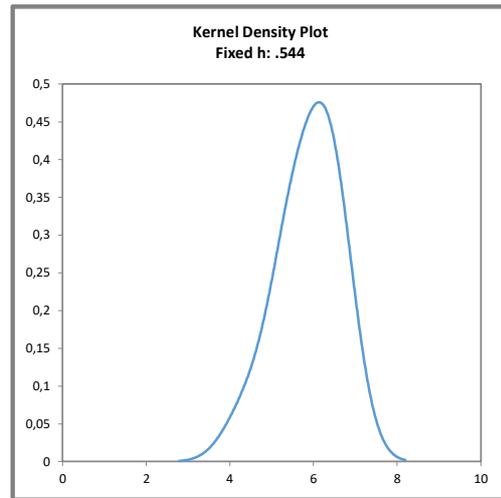
Abbildungen:

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

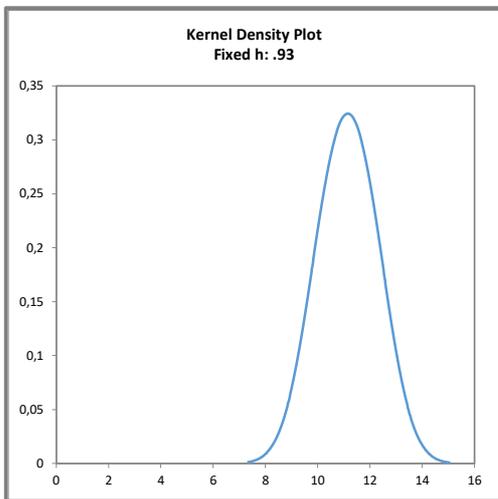
Figures:

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

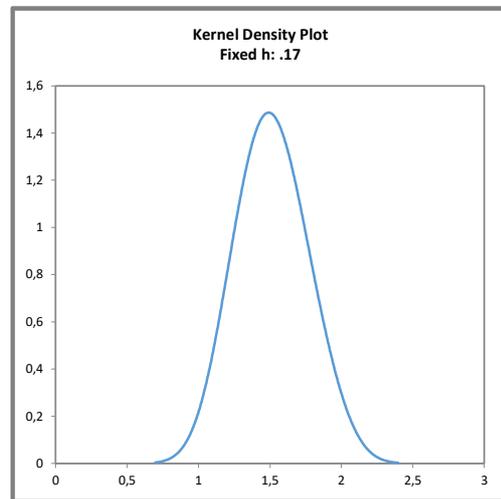
Ni



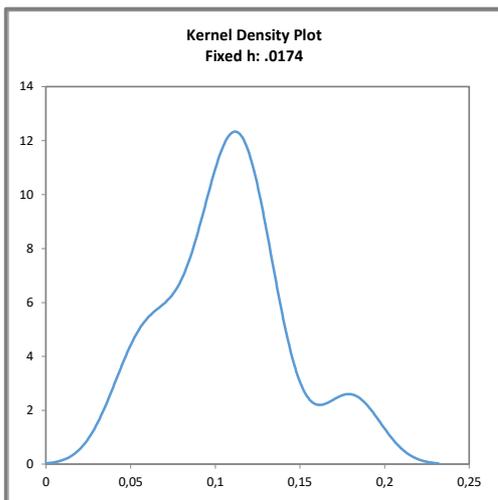
Cu



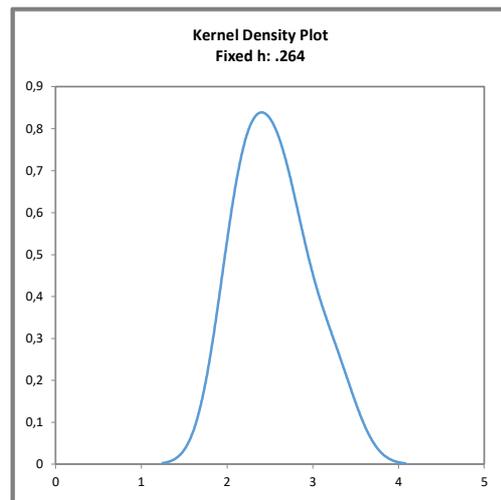
Pb



Hg



Sb



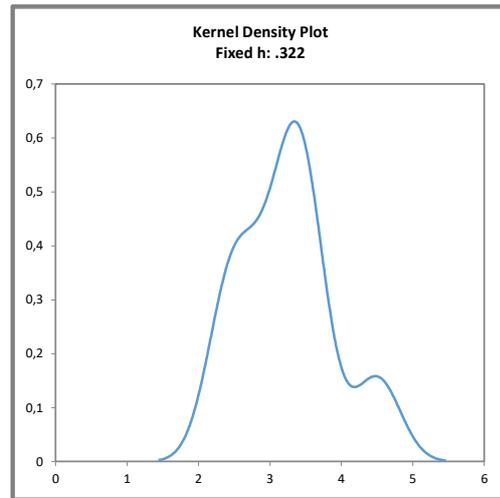
Abbildungen:

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

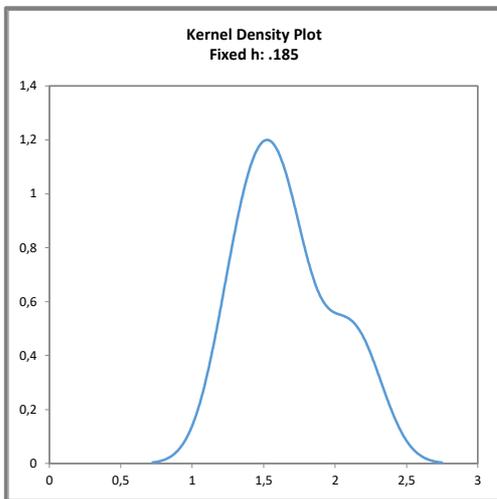
Figures:

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

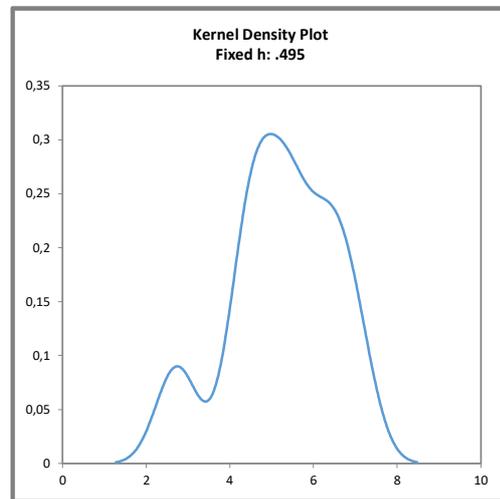
Sn



Sb



Zn



5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA ptCM06 (2020)
EP-Name	Tätowiermittel: Bestimmung von 13 Elementen in Tätowiermittel (As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Zn)
Probenmatrix*	Proben I + II: Tätowiermittel (schwarz)/ Bestandteile: Aqua, CI 77266, Calcium Sodium Phosphosilicate, Shellac, PVP, Ammonia
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 5 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: Raumtemperatur (EP-Zeitraum), gekühlt 2 - 10 °C (Langzeit)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb, Se, Sn und Zn
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe I und II sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe I und II), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/kg
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe I und II - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Letzter Abgabetermin	spätestens 13. November 2020
Auswertebereich	Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		Deutschland
		SCHWEIZ
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über 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 00.00-19/2: Bestimmung von Eisen, Kupfer, Mangan und Zink mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Flamme [Determination of iron, copper, manganese and zinc by atomic absorption spectrometry (AAS) in the flame]
19. 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, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion
20. ASU §64 L 00.00-19/5: Bestimmung von Spurenelemente in Lebensmittel/ Teil 5: Bestimmung von Selen mit der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)-Hydridtechnik; [Determination of selenium by atomic absorption spectrometry (AAS) - hydride technique]

- 21.ASU §64 LFGB : L00.00-19/6; Bestimmung von Gesamtarsen in Lebensmitteln mit der Atomabsortionssektrometrie (AAS)-Hydridtechnik (Juli 2001)
- 22.ASU §64 L 00.00-128 / DIN EN 15765: Bestimmung Zinn in Lebensmitteln mit der Massensprektrometrie 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
- 23.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
- 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 [Determination of minerals Ca, K, Mg, Na, P and S and trace elements Fe, Cu, Mn and Zn in foods by ICP-OES]
- 25.ASU §64 L 00.00-168 (Nov. 2020): Untersuchung von Lebensmitteln Bestimmung der Elemente Ag, As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U und Zn in Lebensmitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach Druckaufschluss
- 26.ASU §64 K 84.00-29 Druckaufschluss zur Bestimmung von Elementen in kosmetischen Mitteln/ Atomabsortionssektrometrie (AAS) (März 2011)
- 27.ASU §64 K 84.00-31: Bestimmung von Antimon, Arsen, Barium, Blei, Cadmium und Nickel in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) nach Druckaufschluss (Juli 2016)
- 28.ASU §64 K 84.00-32: Bestimmung von Barium, Nickel und anderen Elementen in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln mit der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) nach Druckaufschluss (Juli 2016)
- 29.ASU §64 K 84.00-33: Bestimmung von Quecksilber in kosmetischen Mitteln und Tätowiermitteln mit Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) - Kaltdampftechnik nach Druckaufschluss (Juli 2016)
- 30.ASU §64 L 15.06-2: Bestimmung von anorganischem Arsen in Reis mit Atomabsorptionsspektrometrie-Hydridtechnik (Hydrid-AAS) nach Säureextraktion (Januar 2013)

DLA ptCM06 (2020) - Tätowiermittel

11 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung der Ergebnisse für die Bestimmung der Parameter in Tätowiermittel erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz bzw. Horwitz / Thompson. Es lagen 78% bis 100% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

Ein Teilnehmer hatte seinen Sitz im Europäischen Ausland (Schweiz).