

Zusammenfassung Labormittelwerte

Probe 1

	Formaldehyd	Z-Score	Acetaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score
Einheit	mg/m ³		mg/m ³		mg/m ³	
–	–	--	–	--	–	--
6	0,110	3,24 E	0,633	0,62	0,655	0,61
24	0,083	-0,01	0,578	-0,30	0,598	-0,31
25	0,056	-3,27 E	0,292	-5,10 BE	0,307	-5,02 BE
33	0,071	-1,45	0,575	-0,35	0,598	-0,31
98	0,069	-1,69	0,485	-1,86	0,535	-1,33
135	0,091	0,91	0,640	0,74	0,630	0,20
164	0,104	2,52 E				
170	0,086	0,35	0,573	-0,38	0,616	-0,02
172	0,086	0,35	0,611	0,25	0,672	0,88
201	0,084	0,05	0,622	0,44	0,640	0,37
230	0,063	-2,42 E	0,581	-0,25	0,590	-0,44
243	0,081	-0,25	0,620	0,40	0,600	-0,28
245	0,097	1,68	0,637	0,69	0,657	0,64
–	–	--	–	--	–	--
Methode	ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2	
Bewertung	Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00	
Anzahl der Labore, die Ergebnisse vorgelegt haben	13		12		12	
Mittelwert	0,083		0,596		0,617	
Vergleich-Stdabw.	0,016		0,045		0,039	
Rel.Vergleich-STD	18,78 %		7,56 %		6,32 %	
Ref.Wert	0,083		0,596		0,617	
Referenzwert	0,082		0,572		0,612	
Soll-STD	0,008		0,060		0,062	
Rel.Soll-STD	10,00 %		10,00 %		10,00 %	
unt. Toleranzgr.	0,066		0,477		0,494	
ob. Toleranzgr.	0,100		0,715		0,741	

	Formaldehyd	Z-Score	Acetaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score
Anzahl B-Ausreißer	0		1		1	
Anzahl E-Ausreißer	4		1		1	
Anzahl F-Ausreißer	0		0		0	
Anzahl teilnehmender Labore, nach der Eliminierung der Ausreißer A-D und F (ohne Labore, die keine Messwerte, sondern nur einen Status angegeben haben)	13		11		11	
Erläuterung der Ausreißertypen						
A: Einzelausreißer	Grubbs					
B: abw. Labormittelwert	Grubbs					
C: überh. Labor-Stdabw.	Cochran					
D: manuell entfernt						
E: Score außerhalb Tol.-Bereich						
F: Score >3,5						

Zusammenfassung Labormittelwerte

Probe 2

	Formaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score	Butyraldehyd	Z-Score
Einheit	mg/m ³		mg/m ³		mg/m ³	
–	–	–	–	–	–	–
6	0,080	6,09	BE	1,003	0,58	0,63
24	0,051	0,26		0,937	-0,11	-0,07
25	0,035	-2,92	E	0,459	-5,15	BE
33	0,043	-1,35		0,897	-0,53	
98	0,046	-0,75		0,907	-0,43	
135	0,057	1,42		0,921	-0,28	
164	0,058	1,66				
170	0,053	0,66		0,937	-0,11	
172	0,052	0,46		1,021	0,77	
201	0,050	-0,01		0,977	0,31	
230	0,044	-1,15		0,905	-0,45	
243	0,050	0,06		0,920	-0,29	
245	0,058	1,66		0,999	0,54	
–	–	–	–	–	–	–
Methode	ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2	
Bewertung	Z ≤2,00		Z ≤2,00		Z ≤2,00	
Anzahl der Labore, die Ergebnisse vorgelegt haben	13		12		11	
Mittelwert	0,050		0,948		0,940	
Vergleich-Stdabw.	0,007		0,044		0,094	
Rel.Vergleich-STD	13,66 %		4,68 %		9,95 %	
Ref.Wert	0,050		0,948		0,940	
Referenzwert	0,050		0,916		0,922	
Soll-STD	0,005		0,095		0,094	
Rel.Soll-STD	10,00 %		10,00 %		10,00 %	
unt. Toleranzgr.	0,040		0,758		0,752	
ob. Toleranzgr.	0,060		1,137		1,129	

	Formaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score	Butyraldehyd	Z-Score
Anzahl B-Ausreißer	1		1		0	
Anzahl E-Ausreißer	2		1		1	
Anzahl F-Ausreißer	0		0		0	
Anzahl teilnehmender Labore, nach der Eliminierung der Ausreißer A-D und F (ohne Labore, die keine Messwerte, sondern nur einen Status angegeben haben)	12		11		11	
Erläuterung der Ausreißertypen						
A: Einzelausreißer	Grubbs					
B: abw. Labormittelwert	Grubbs					
C: überh. Labor-Stdabw.	Cochran					
D: manuell entfernt						
E: Score außerhalb Tol.-Bereich						
F: Score >3,5						

Zusammenfassung Labormittelwerte

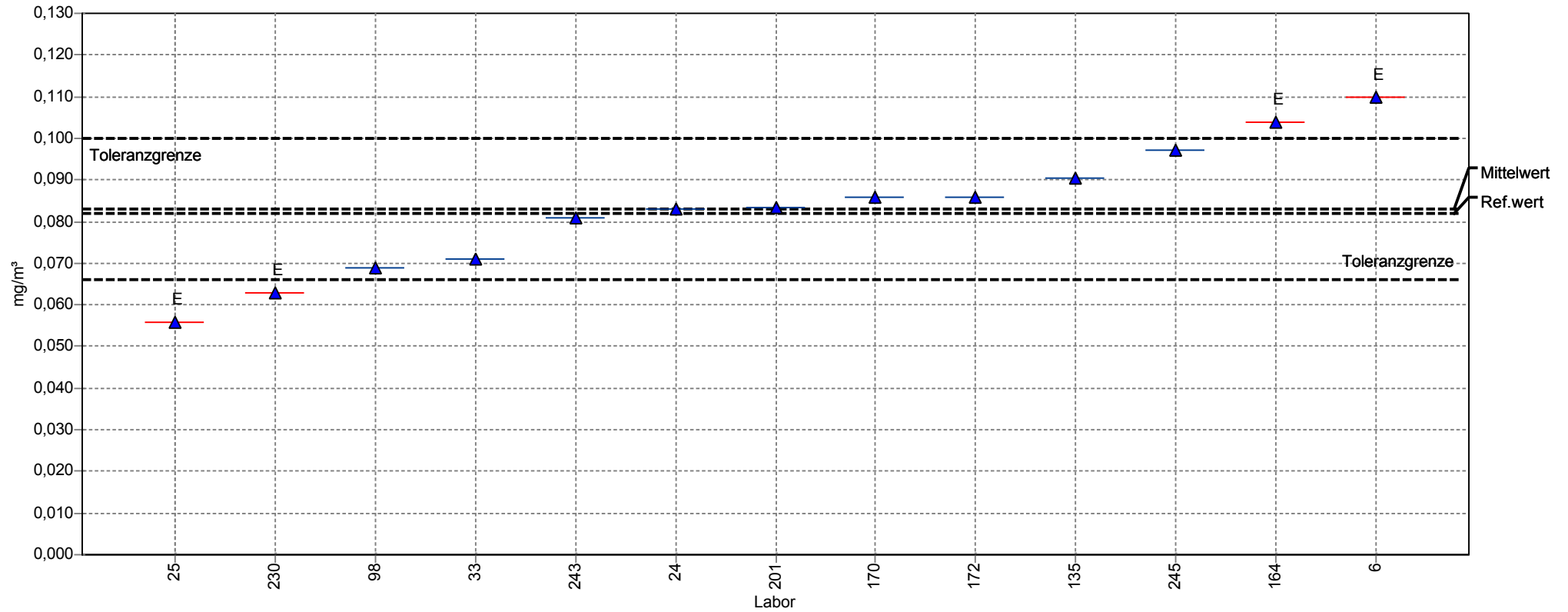
Probe 3

	Formaldehyd	Z-Score	Acetaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score	Butyraldehyd	Z-Score	
Einheit	mg/m ³		mg/m ³		mg/m ³		mg/m ³		
–	–	–	–	–	–	–	–	–	
6	0,143	1,83	0,502	0,79	0,519	0,78	0,517	0,75	
24	0,120	-0,08	0,479	0,30	0,480	-0,03	0,478	-0,06	
25	0,068	-4,35	FE	0,216	-5,36	BE	0,209	-5,65	BE
33	0,103	-1,48		0,454	-0,24		0,470	-0,24	
98	0,104	-1,40		0,403	-1,34		0,446	-0,73	
135	0,131	0,83		0,495	0,64		0,478	-0,07	
164	0,137	1,33					0,455	-0,54	
170	0,122	0,09		0,441	-0,52		0,476	-0,11	
172	0,127	0,50		0,485	0,43		0,530	1,01	
201	0,121	0,01		0,480	0,32		0,491	0,20	
230	0,084	-3,05	E	0,408	-1,23		0,435	-0,96	
243	0,120	-0,08		0,470	0,10		0,450	-0,65	
245	0,139	1,50		0,500	0,75		0,520	0,80	
–	–	–	–	–	–	–	–	–	
Methode	ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2		
Bewertung	Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00		
Anzahl der Labore, die Ergebnisse vorgelegt haben	13		12		12		11		
Mittelwert	0,121		0,465		0,481		0,481		
Vergleich-Stdabw.	0,017		0,035		0,032		0,040		
Rel.Vergleich-STD	14,07 %		7,49 %		6,54 %		8,31 %		
Ref.Wert	0,121		0,465		0,481		0,481		
Referenzwert	0,117		0,441		0,477		0,476		
Soll-STD	0,012		0,047		0,048		0,048		
Rel.Soll-STD	10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %		
unt. Toleranzgr.	0,097		0,372		0,385		0,385		
ob. Toleranzgr.	0,145		0,558		0,578		0,577		

	Formaldehyd	Z-Score	Acetaldehyd	Z-Score	Propionaldehyd	Z-Score	Butyraldehyd	Z-Score
Anzahl B-Ausreißer	0		1		1		0	
Anzahl E-Ausreißer	2		1		1		0	
Anzahl F-Ausreißer	1		0		0		0	
Anzahl teilnehmender Labore, nach der Eliminierung der Ausreißer A-D und F (ohne Labore, die keine Messwerte, sondern nur einen Status angegeben haben)	12		11		11		11	
Erläuterung der Ausreißertypen								
A: Einzelausreißer	Grubbs							
B: abw. Labormittelwert	Grubbs							
C: überh. Labor-Stdabw.	Cochran							
D: manuell entfernt								
E: Score außerhalb Tol.-Bereich								
F: Score >3,5								

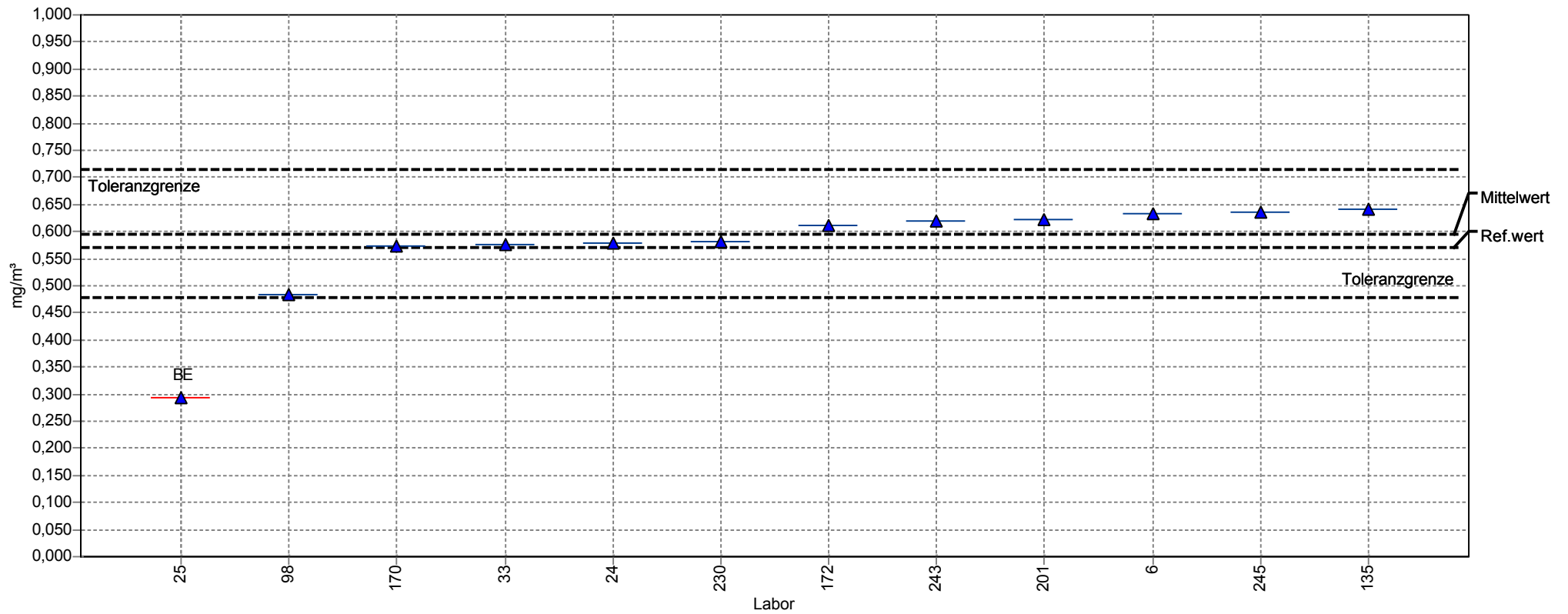
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Formaldehyd	Mittelwert:	0,083 mg/m ³
Probe:	1	Vergleich-STD (SR):	0,016 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	18,78%
Anzahl Labore:	13	Referenzwert:	0,082 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,066 - 0,100 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



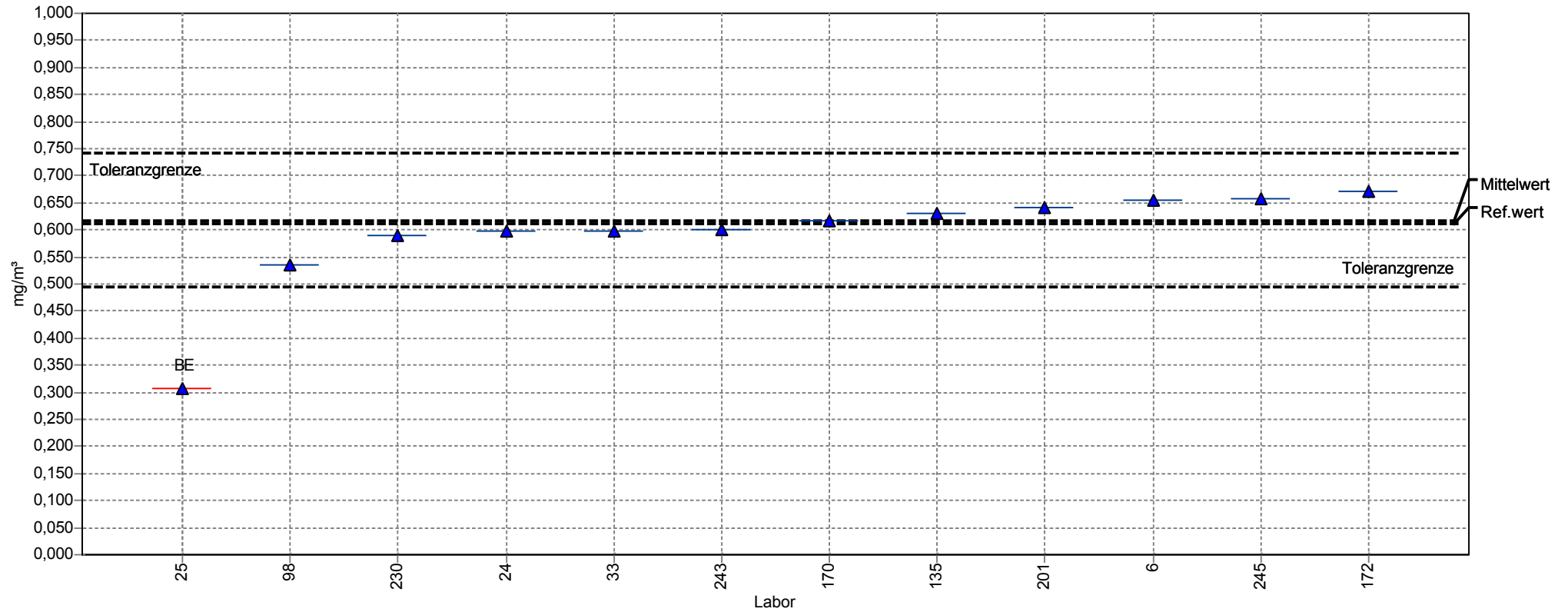
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Acetaldehyd	Mittelwert:	0,596 mg/m ³
Probe:	1	Vergleich-STD (SR):	0,045 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	7,56%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,572 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,477 - 0,715 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



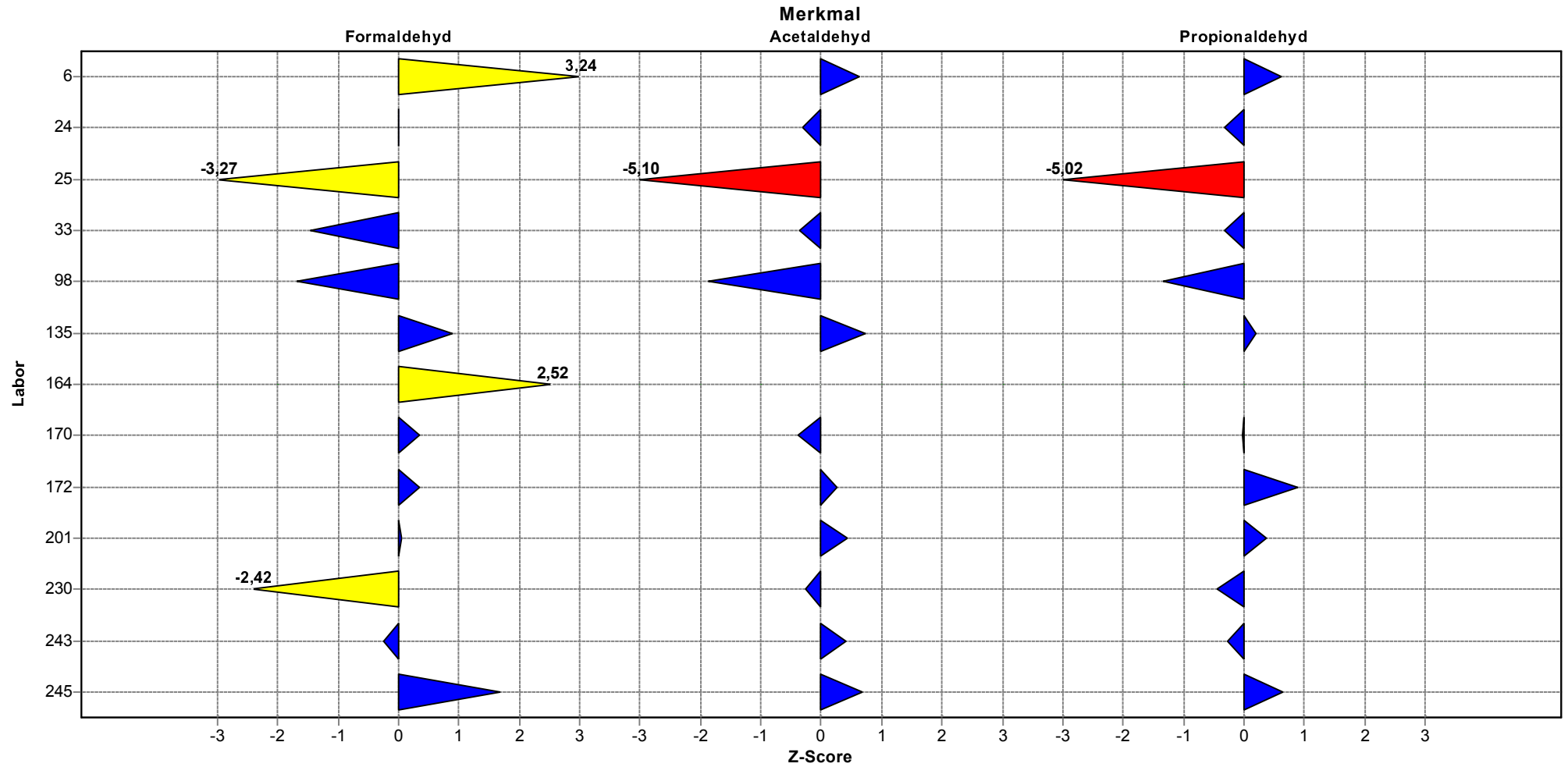
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Propionaldehyd	Mittelwert:	0,617 mg/m ³
Probe:	1	Vergleich-STD (SR):	0,039 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	6,32%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,612 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,494 - 0,741 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



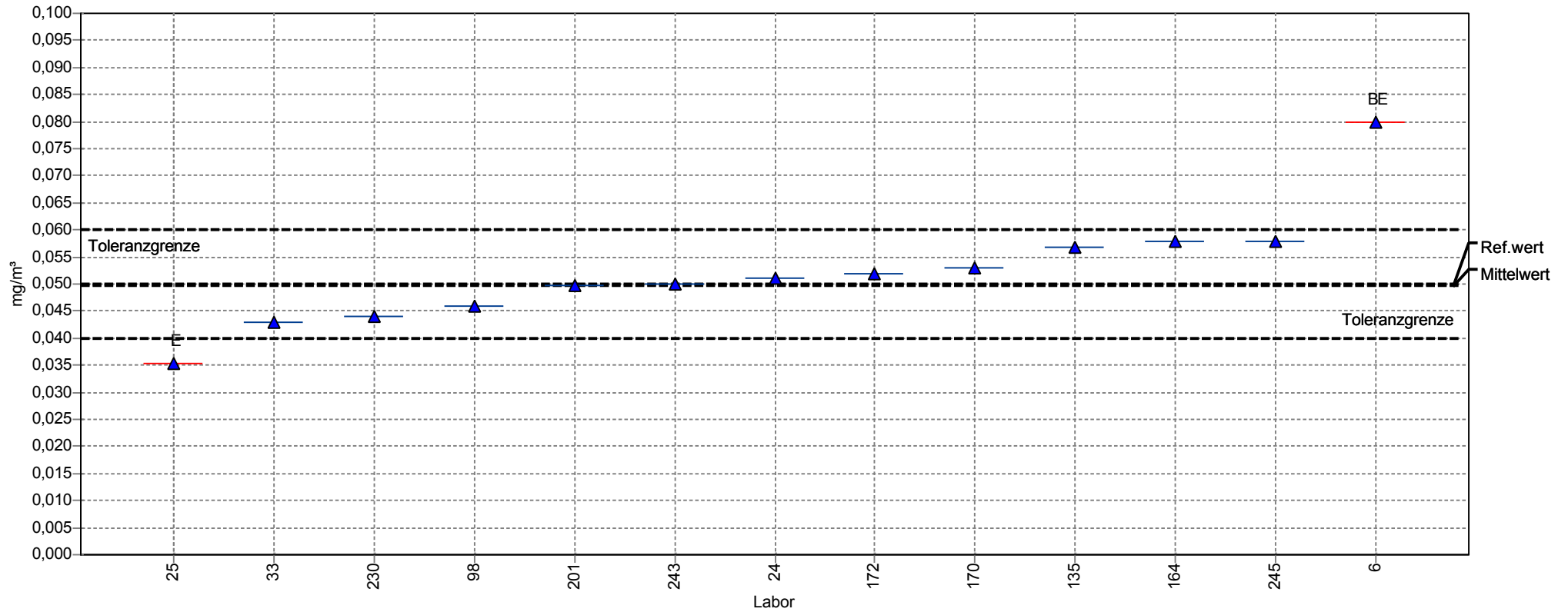
Übersicht Z-Scores

Probe: 1



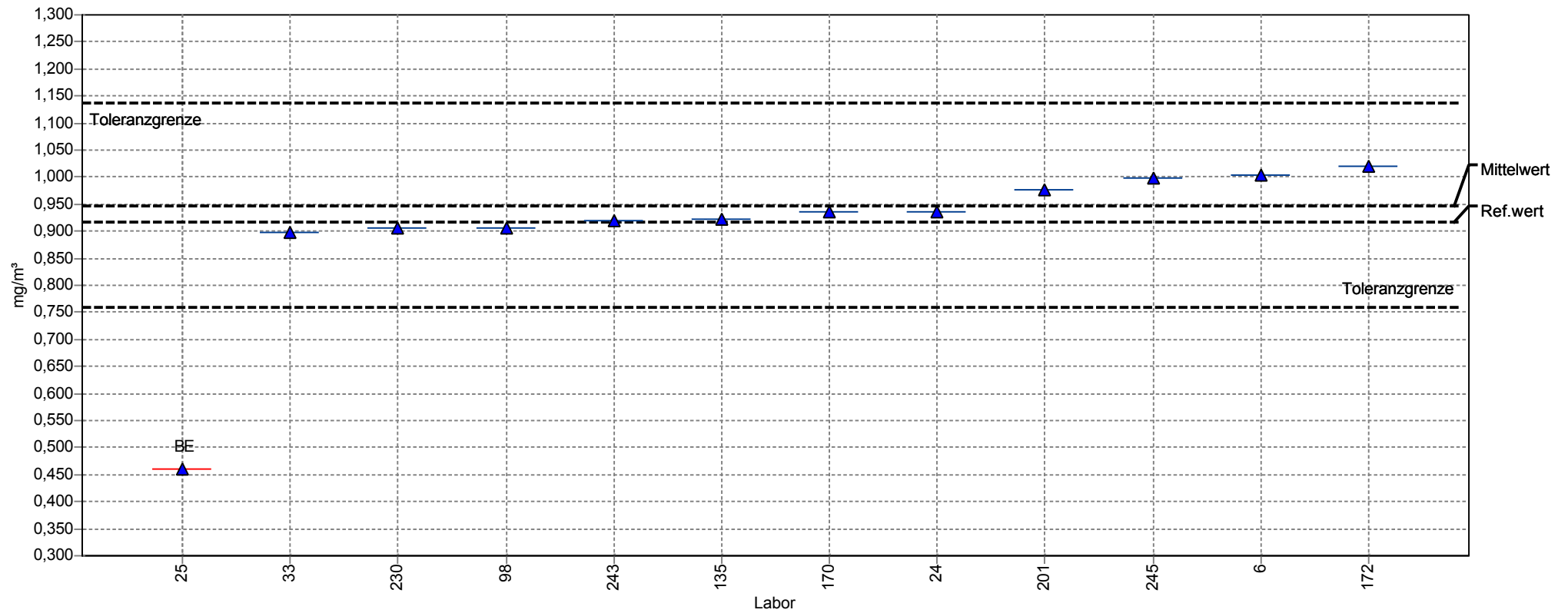
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Formaldehyd	Mittelwert:	0,050 mg/m ³
Probe:	2	Vergleich-STD (SR):	0,007 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	13,66%
Anzahl Labore:	12	Referenzwert:	0,050 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,040 - 0,060 mg/m ³ (Z-Score ≤ 2,00)



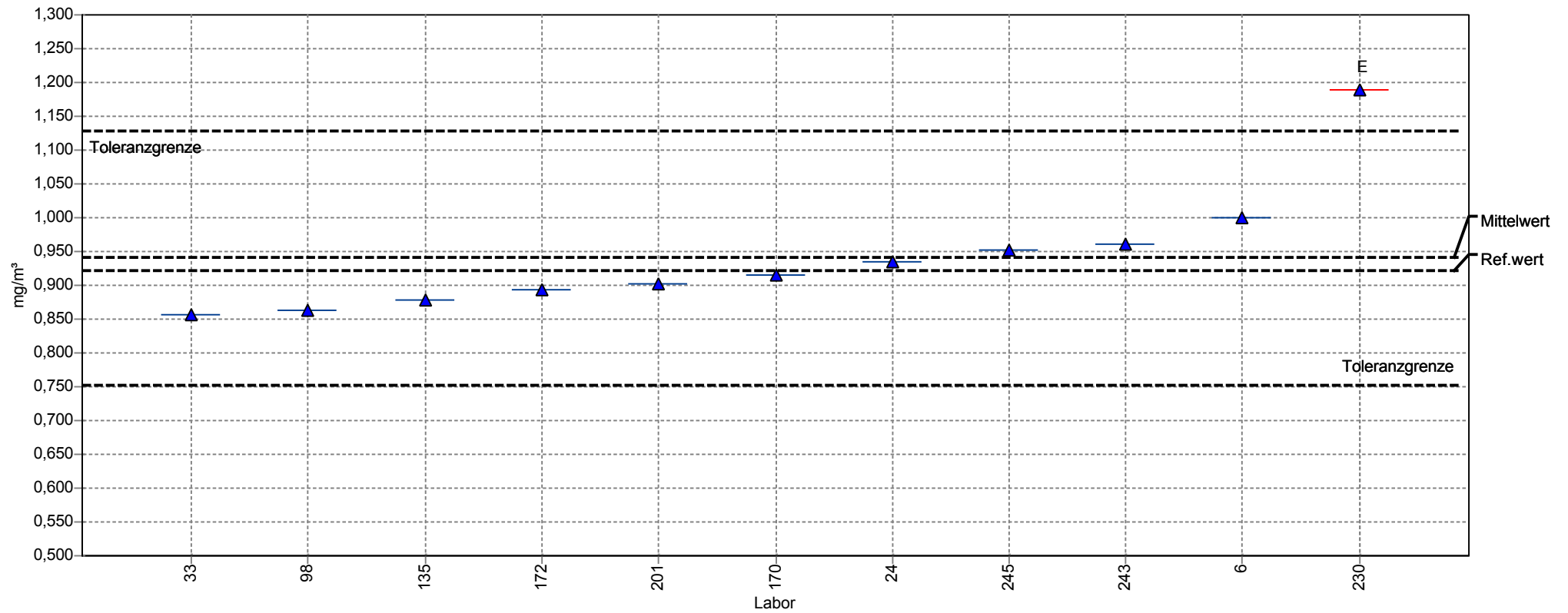
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Propionaldehyd	Mittelwert:	0,948 mg/m ³
Probe:	2	Vergleich-STD (SR):	0,044 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	4,68%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,916 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,758 - 1,137 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



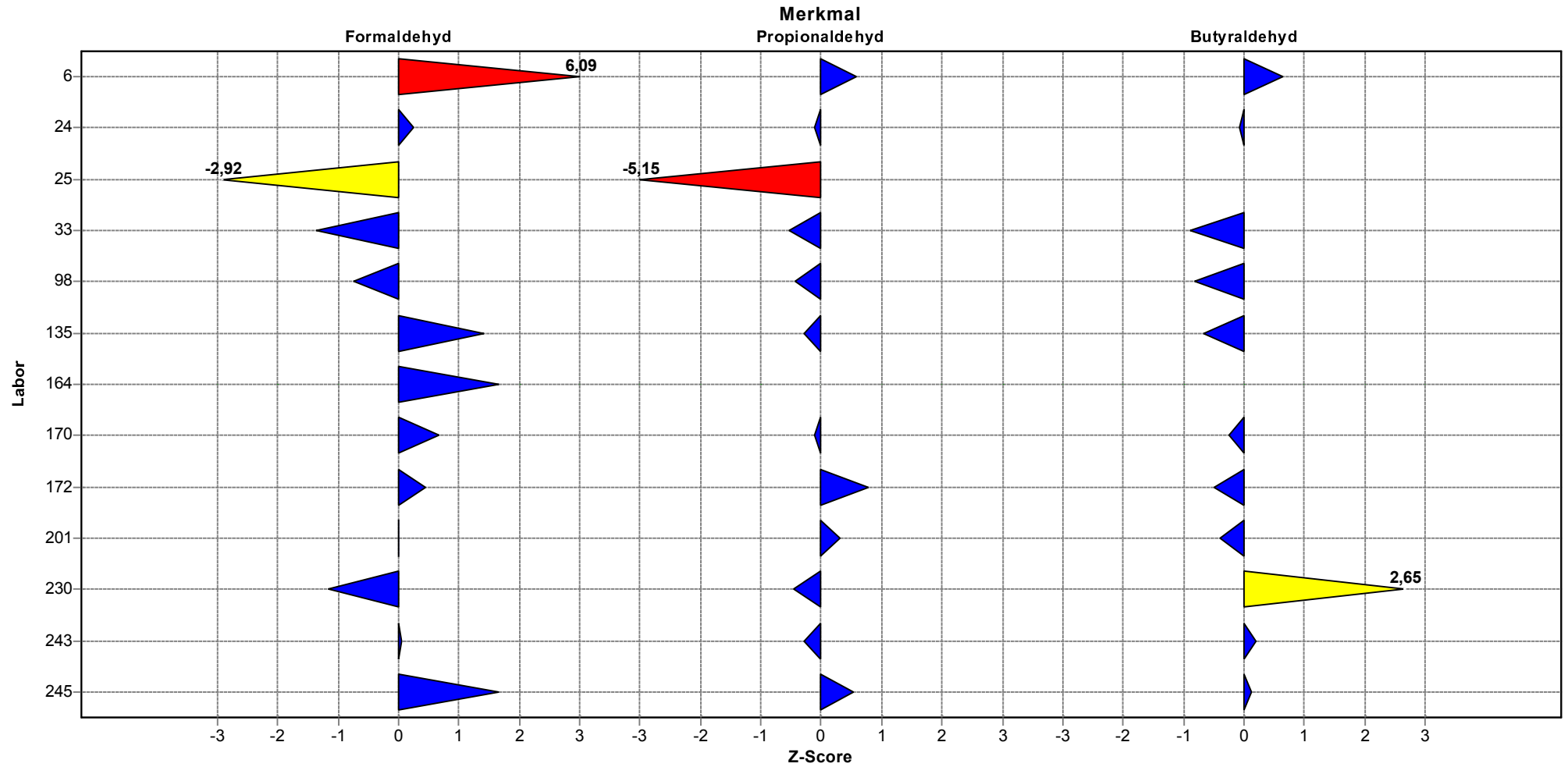
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Butyraldehyd	Mittelwert:	0,940 mg/m ³
Probe:	2	Vergleich-STD (SR):	0,094 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	9,95%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,922 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,752 - 1,129 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



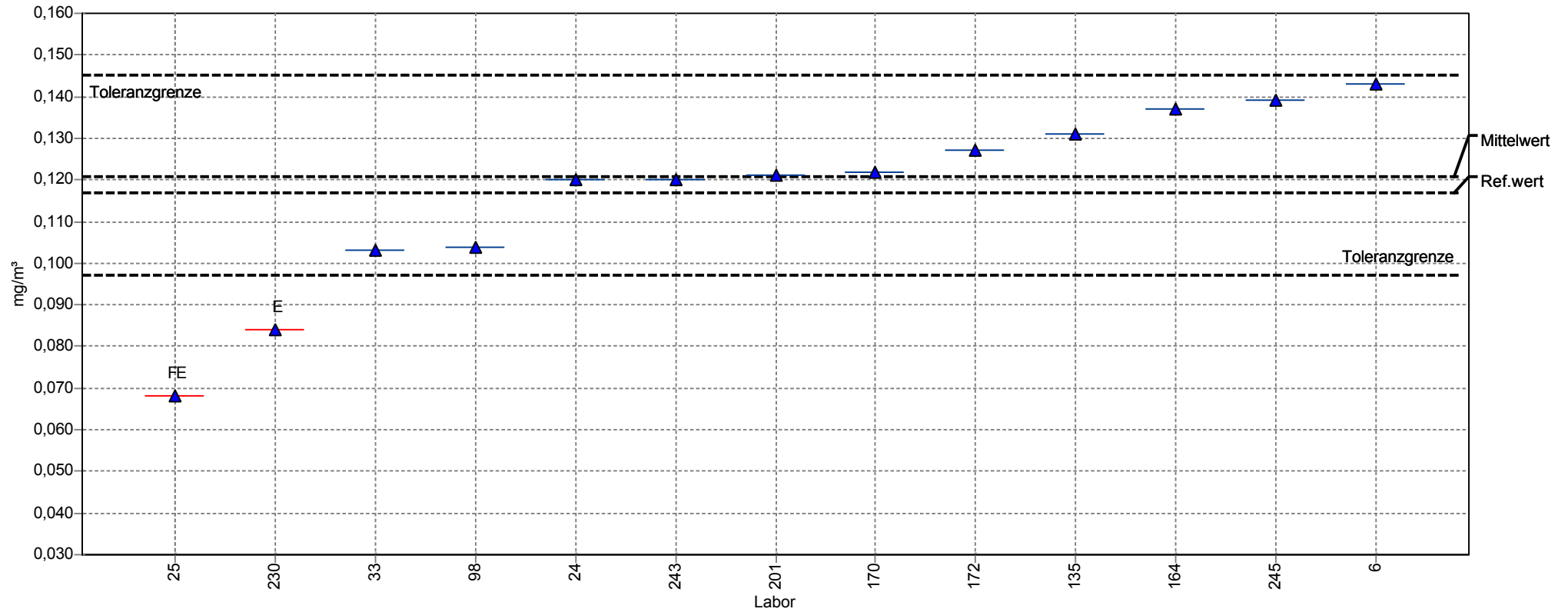
Übersicht Z-Scores

Probe: 2



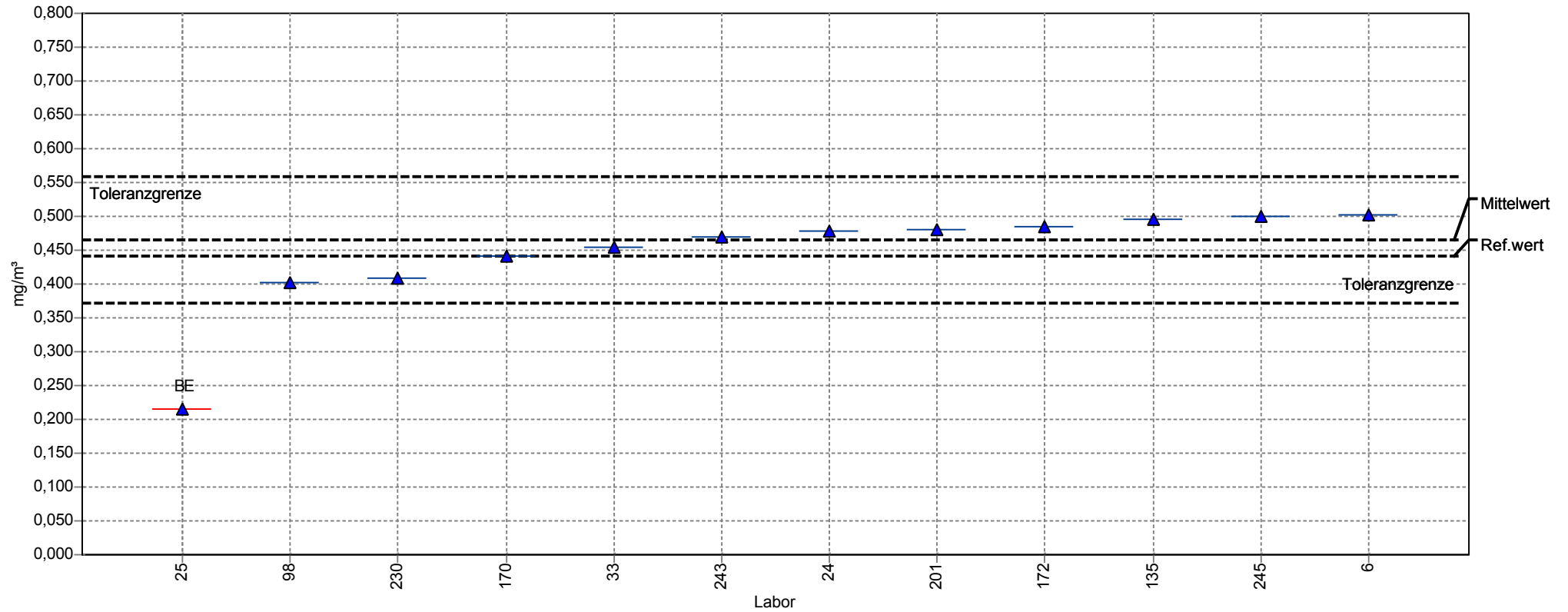
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Formaldehyd	Mittelwert:	0,121 mg/m ³
Probe:	3	Vergleich-STD (SR):	0,017 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	14,07%
Anzahl Labore:	12	Referenzwert:	0,117 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,097 - 0,145 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



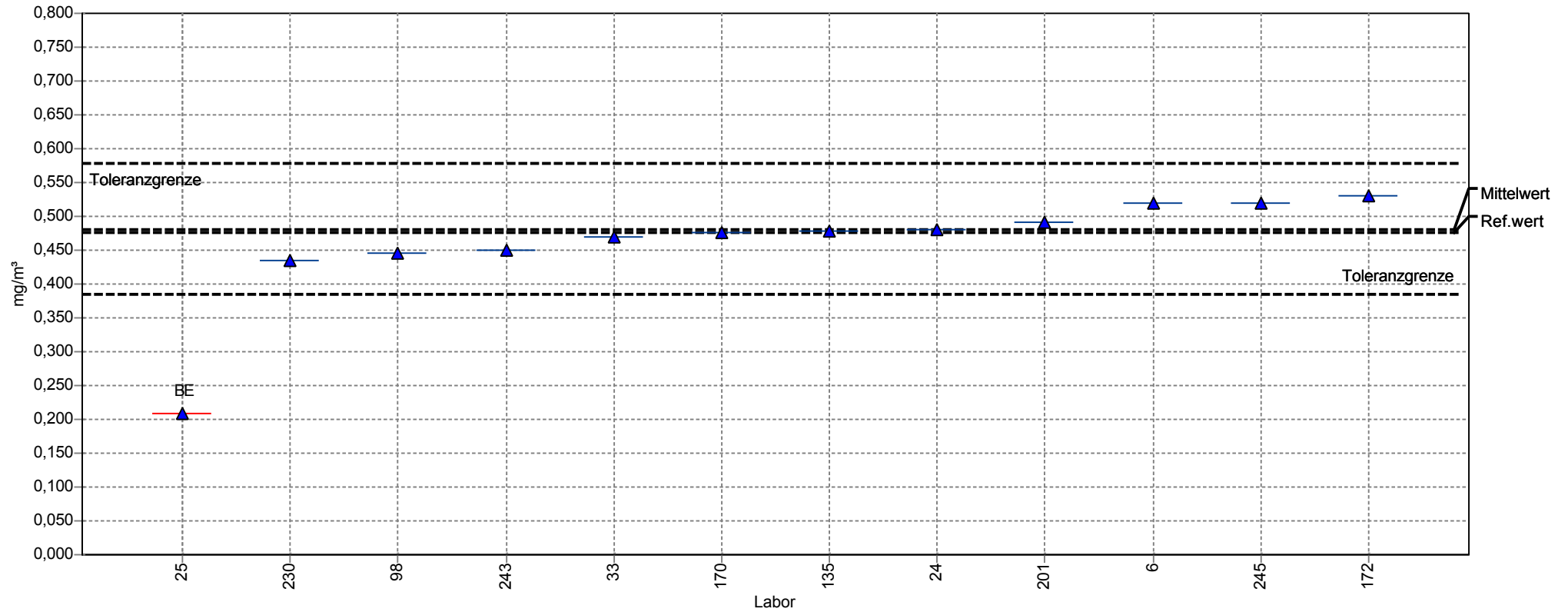
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Acetaldehyd	Mittelwert:	0,465 mg/m ³
Probe:	3	Vergleich-STD (SR):	0,035 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	7,49%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,441 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,372 - 0,558 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



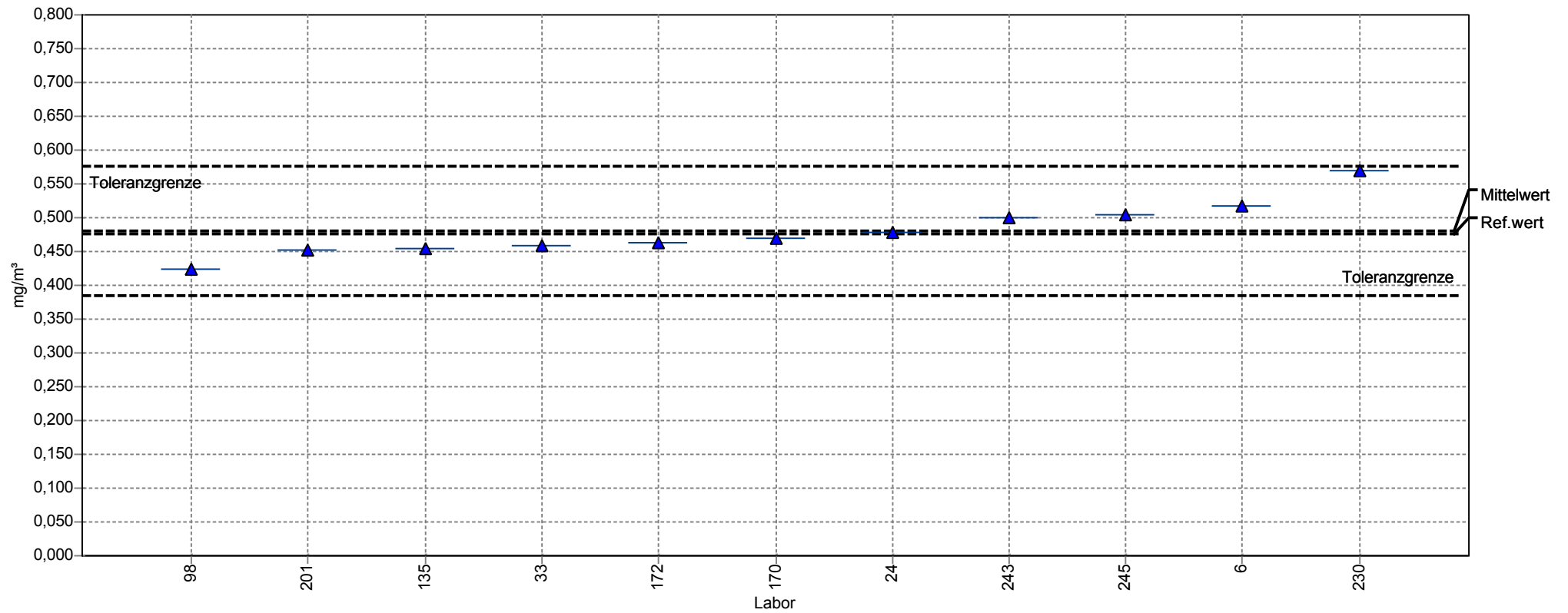
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Propionaldehyd	Mittelwert:	0,481 mg/m ³
Probe:	3	Vergleich-STD (SR):	0,032 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	6,54%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,477 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,385 - 0,578 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



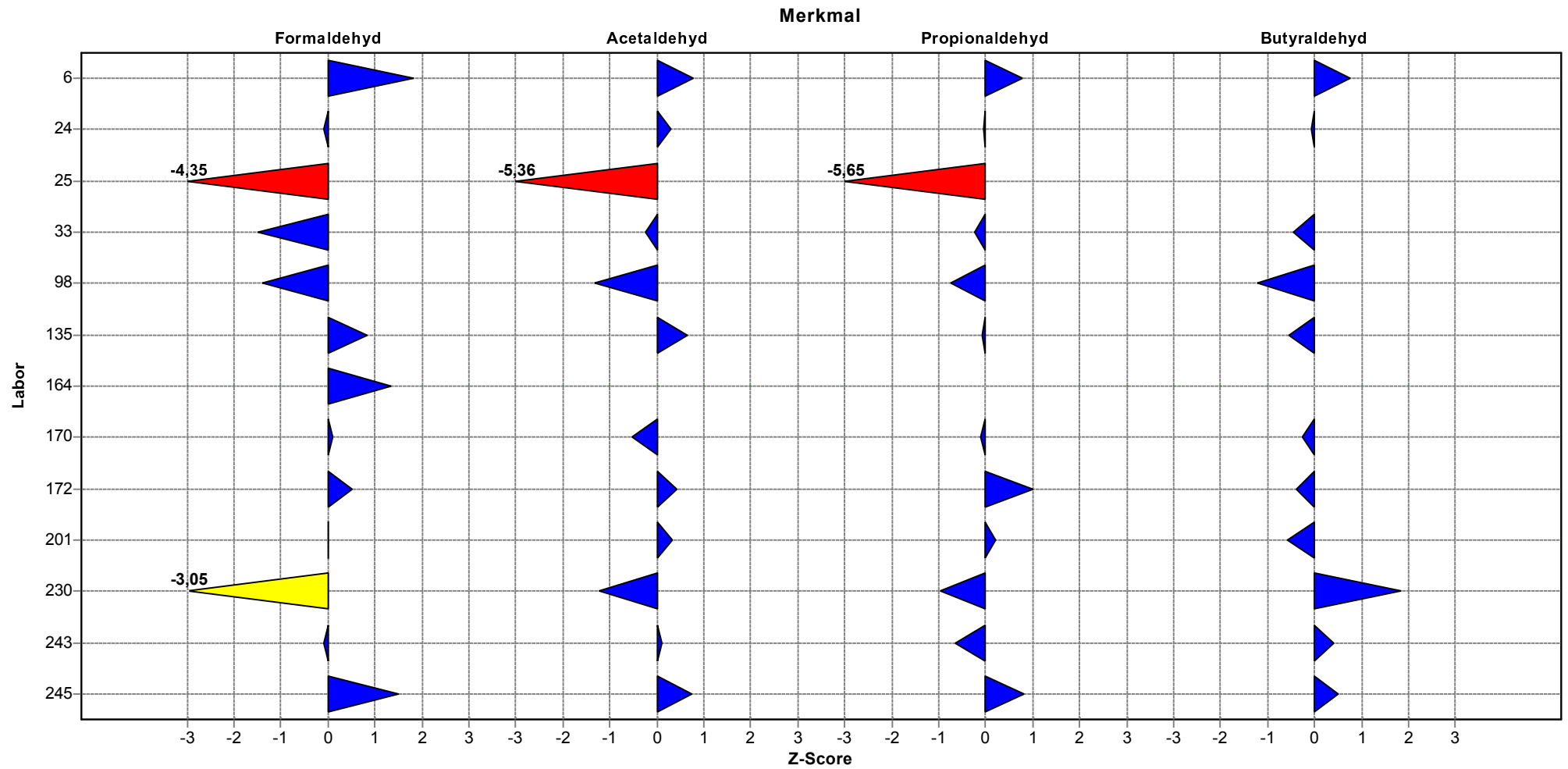
Einzeldarstellung Mittelwerte

Merkmal:	Butyraldehyd	Mittelwert:	0,481 mg/m ³
Probe:	3	Vergleich-STD (SR):	0,040 mg/m ³
Methode:	ISO 5725-2	Relative Vergleich-STD (VR):	8,31%
Anzahl Labore:	11	Referenzwert:	0,476 mg/m ³
		Toleranzbereich:	0,385 - 0,577 mg/m ³ (Z-Score <= 2,00)



Übersicht Z-Scores

Probe: 3



Fragen und Antworten

Teilnehmer	Probenträgertyp	Welche Pumpe wurde verwendet?	Volumenstrom
6	Waters Sep-Pak XPoSure	entfällt	entfällt
24	DNPH/Silicagel	Desaga GS301	1,0 L/min
25	Ixfeld-Buck Röhrchen gefüllt mit DNPH-belegtem Silicagel	Desaga Gasprobenehmer GS 312	1 Liter/Minute
33	Waters Sep-Pak WAT047205 Aldehyde Sampler	durch IFA	durch IFA
98	Waters Sep-Pak XPoSure (WAT047205) , 2 in Reihe	GSA 350	0,333 l/min
135	Supelco LpDNPH S10	entfällt	entfällt
164	Wasser	Desaga 312/212	2L/min
170	Supelco LpDNPH S10 und H10	Honold und GilAir	1 L/min
172	Supelco Lp DNPH H10	Eigenbau	1L/min
201			
230	DNPH, SEP-PAK XPOSURE Aldehyde Sampler der Fa. Waters	Desaga Typ GS 301	0,66 l/min
243	Waters Sep-Pak XPoSure Aldehyd Sampler	Gillain LFS - 113 DC	20 l/h
245	Silicagel/DNPH von Supelco	SG350 von GSA	0,333 ml/min

Teilnehmer	Probenahmedauer	Methode
6	entfällt	IFA-Arbeitsmappe 6045
24	5 - 50 min	DIN ISO 16000-3
25	2 Stunden	interne Prüfanweisung
33	durch IFA	Extraktion nach IFA, Messung eigenes Verfahren HPLC
98	Runde 1: 40, 60, 110 min, R2 + R3: je 3 Röhrchenkombinationen a 110 min	analog IFA 6045, 3 Probenahmen / Runde
135	entfällt	HPLC-DAD IFA-Arbeitsmappe 6045
164	100	AHMT
170	60 L: 1 h; 90 L: 1.5 h; 30 L: 0.5 h	DIN EN ISO 16000-3
172	30/60 min	HPLC
201		IFA-Arbeitsmappe 6045, HPLC/DAD
230	0,5 h	DIN EN ISO 16000-Teil 3, Detektor LC/MS
243	2 h	HPLC / UV-Detektion
245	120 min	VDI 3862 Blatt 3

Ringversuch Aldehyde 2/2012

Teilnehmer	Beginn der Aufarbeitung	Desorptionsmittel	Desorptionsvolumen
6	26.09.12	Acetonitril	5 mL
24	24.09.2012	Acetonitril	5 mL
25	18.09.2012	Acetonitril	25 ml
33	27.09.2012	Acetonitril	6,3
98	18./19.09.2012	Acetonitril	10 mL
135	24.09.2012	Acetonitril	2ml
164	17.09.2012		
170	20.09.2012	Acetonitril	60 L: 5 mL; 90 L: 5 mL; 30 L: 2 mL
172	17.09.2012	Acetonitril	5ml
201	24.09.12	Acetonitril	3 ml
230	24.September 2012	Acetonitril	9 ml (10ml)
243	24.09.2012	Acetonitril	9,5 ml Acetonitril + 50 µl Phosphorsäure auf 10 ml mit Acetonitril auffüllen
245	19.09.2012	Acetonitril	5 ml

Teilnehmer	Lagerzeit nach Desorption	Datum der Analyse
6	24 h im Kühlschrank	27.09.12
24	-	24.09.2012
25	2 Wochen im Kühlschrank	01./04./10.Oktober
33	1 Tag	28.09.2012
98	Runde1: 2Tage , Runde 2 : 3 Tage, Runde 3: 4-7 Tage; im Kühlschrank	Runde 1: 18./19.09.12, Runde 2: 19.09./20.9.12, Runde 3 : 20.09 - 24.09.12
135	einige Stunden	24.09.2012
164		17.09.2012
170	1 h bei 6 °C in verschlossenem Gefäß mit Aktivkohle befüllt	20.09.2012
172	nein	17.09.2012
201	keine	24.09.12
230	2 Tage	26. September
243	48 h bei 5°C ± 3°C	26.09.2012 bis 05.10.2012
245	1 Tag	20.09.2012

Teilnehmer	Pumpe/ Druck	Injektionsvolumen
6	Waters 616/250 bar	10, 20 µL
24	Merck-Hitachi L7100 / 180bar	10 µL

Ringversuch Aldehyde 2/2012

Teilnehmer	Pumpe/ Druck	Injektionsvolumen
25	Agilent 1260 Quaternäre Pumpe	5 µl
33	binär	5
98	Merck Hitachi L6200A, p bis 400bar möglich, max. 200 bar bei Aldehydanalyse vorliegend	20 µl
135	Agilent 1200 Series binäre Pumpe	10µl
164		
170	2 x Shimadzu LC-20 AD Pumpen; ca. 70 bar	10 µL
172	Shimadzu HPLC-System	25 µl
201	220-100 Bar	10 µl
230	binäres Pumpensystem der Fa. Agilent	15
243	HP 1100	5 µl
245	ca. 85 bar	10 µl

Teilnehmer	Laufmittel
6	Acetonitril/Wasser 45/55
24	Acetonitril / Wasser / Tetrahydrofuran
25	Wasser/Acetonitril/Tetrahydrofuran (60/30/10)
33	Solv. A 50% Acetonitril/Solv. B 50% Wasser
98	Acetonitril (A) / Wasser
135	Wasser/ACN/THF
164	
170	A: Wasser; B: Acetonitril
172	Laufmittel A: ACN mit 5% Wasser, Laufmittel B: Wasser
201	ACN/H2O
230	A:Wasser (0,1%Ameisensäure) B. Acetonitril
243	A: Milli-Q-Wasser / Acetonitril / Tetrahydrofuran 60/30/10 (v/v/v); B: Acetonitril / Milli-Q-Wasser 60/40 (v/v)
245	Acetonitril/ Wasser 50:50

Teilnehmer	Gradient/Temp.prg	Flussrate
6	isokratisch/20°C	1,3 mL/min
24	35/50/15 --> 100/0/0; 34 min; 30°C isotherm	1 mL/min
25	Gradient mit unterschiedlichen THF-Gehalten	1,5 ml/min
33	1 min 50 Solv B, 16 min 25 Solv B, 18 min 0 Solv B, 22 min 0 Solv B	1,5 ml/min

Ringversuch Aldehyde 2/2012

Teilnehmer	Gradient/Temp.prg	Flussrate
98	0-2 min 49%A, 2-8 min 49-70%A, 8-10 min 70%A, 10-16 min 70-80%A, 16-17 min 80%A, 17-18 min 80-49%A,, 18 -20 min 49%A	1,2 ml/min
135	Eluent A: Wasser/ACN/THF Eluent B: Acetonitril - Gradient - Temperatur: 50°C	1,6ml/min
164		
170	B: 65 % auf 70 % in 15 min; 70 % auf 100 % in 5 min	1 mL/min
172	Gradient: 65/35 bis 100/0; Temp.: 25°C	1 ml/min
201	50%/50% ACN/H2O bis 100% ACN in 20 min., 10 min bei 100% ACN, 40 °C konstant	1 ml/min.
230	0,0 min= 55%B bis 20min=100%B, 20,5 min= 55%B bis 25 min. = 55%B	0,4 ml/min
243	Gradient: 0 min 100% A; 0-16 min 100% A -> 48% A; 16-17 min 48% A -> 0% A; 17-60 min 0% A	0,4 ml/min
245	a) 50% Acetonitril für 12 min b) in 4 min auf 65% Acetonitril c) in 2 min auf 95% Acetonitril d) 95% Acetonitril für 5 min	0,6 ml/min

Teilnehmer	Detektor	Messwellenlänge	Trennsäule/Dimension
6	DAD	360 nm	Waters Symmetry C18, 5 µm, 3.9x150mm
24	Merck-Hitachi L7240	360 nm	Chromasil 100C C18-5µm / 250 x 4 mm
25	Agilent 1260 UV/VIS-MWD	360 nm	Zorbax Eclipse Plus C18 4.6x100 mm 3.5 Micron
33	DAD	365 nm	Trntec Reprosil-Pur 120 C18-Phase AQ3 µm 150x4,6 mm
98	Merck Hitachi L4250 UV-VIS	365 nm	Lichrospher 100 RP 18, 5µm, 250*4 mm, gleiche Vorsäule 4*4 mm
135	Agilent 1200 Series DAD	365nm	M & N EC50/4 Nucleodur Sphinx RP 1,8µm
164			
170	Shimadzu SPD-M20A Dioden Array Detektor	360 nm	Restek Allure AK; 4.6 x 200 mm; 5 µm; 60 A
172	DAD	360 nm	Synergi 4u Hydr-RP 80A, Phenomenex
201	DAD	360/390 nm	Eclipse XDB C18, 250*4,6 mm, 5 µm
230	LC/MSD Trap SL der Fa. Agilent, 1100 Serie	Scan 200-500 m/z	EC 150/4,6, Nucleodur 100-3 C18 ec, MN
243	HP 1100 VWD (variabler Wellenlängendetektor)	360 nm	Kromasil 100 C18; 5 µm; 250x2,1 mm
245	DAD	360 nm	M & N CC250/4 Nucleosil 120-3 C18

Teilnehmer	Wiederfindungsraten
6	nein
24	Formaldehyd: 101,6%, Acetaldehyd: 100,0%, Propionaldehyd: 103,7%, Butyraldehyd: 101,9%
25	nein
33	nein
98	entfällt, da Kalibrierung gegen gespikete Sammler
135	---

Ringversuch Aldehyde 2/2012

Teilnehmer	Wiederfindungsraten
164	
170	nein
172	nein
201	
230	nicht explizit bestimmt
243	k. A.
245	100%