

CEQAT-DGHS Ringversuchsprogramm für die Chemikaliensicherheit – Schlussfolgerungen

Peter L¹üth¹, Kirstin Frost², Lutz Kurth¹, Marcus Malow¹, Martin Schmidt¹, Heike Michael-Schulz¹, Steffen Uhlig², Sabine Zakel³

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, Abteilung 2 "Chemische Sicherheitstechnik", Berlin

² QuoData GmbH, Quality & Statistics, Dresden

³ Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Fachbereich 3.7 „Grundlagen des Explosionsschutzes“, Braunschweig

Die Ursachen für Chemikalienunfälle können vielfältig sein. Prävention beginnt bereits im Prüflabor, wenn Chemikalien auf ihre gefährlichen Eigenschaften getestet werden. Dazu sind Prüfmethode entwickelt und veröffentlicht worden, die heute weltweit Anwendung finden. Auf die Validität der Prüfmethode und richtige Durchführung der Prüfung im Laboratorium müssen sich Sicherheitsfachkräfte, Transporteure oder Händler verlassen können. Anhand der in den letzten 10 Jahren im Rahmen des CEQAT-DGHS von BAM und PTB durchgeführten Ringversuche (RV) wird gezeigt, dass bei allen bisher untersuchten Prüfmethode ein Verbesserungsbedarf besteht. Die RV müssen daher zunächst auf die Methodenverbesserung und -validierung abzielen und nicht auf Leistungstests. Das Labormanagement und die praktische Durchführung der Prüfung sind in vielen Laboratorien verbesserungsbedürftig. Der Begriff „Erfahrung der Prüfer“ ist kritisch zu sehen: Eine „lange Erfahrung mit vielen Prüfungen“ ist nicht unbedingt ein Garant für richtige Ergebnisse.

1 Einleitung

Verschiedene, standardisierte Prüfmethode (z. B. gemäß der europäischen Prüfmethodeverordnung (REACH Verordnung (EG) Nr. 440/2008) [1] sowie des UN Handbuchs über Prüfungen und Kriterien [2]) werden im Labormaßstab eingesetzt, um die gefährlichen Eigenschaften von chemischen Stoffen und Gemischen zu prüfen. Die Prüfergebnisse sind die Grundlage für deren korrekte Einstufung und Kennzeichnung als Gefahrstoff bzw. als Gefahrgut. Auf die Validität der Prüfmethode und die richtige Durchführung der Prüfung und Bewertung müssen sich Sicherheitsfachkräfte, Transporteure oder Händler verlassen können.

Bei der Bewertung der Verlässlichkeit der Prüfergebnisse spielen Ringversuche (RV) eine entscheidende Rolle. RV werden bei der Methodenentwicklung und -validierung eingesetzt und können zur Ermittlung der Messunsicherheit genutzt werden [3], [4].

Die Teilnahme an RV ist ein wichtiges Element der Qualitätssicherung für Laboratorien und wird als solches in DIN EN ISO/IEC 17025, Kapitel 7.7.2 ausdrücklich als Anforderung (wenn solche RV verfügbar sind) empfohlen (z.B. als Eignungsprüfung, Leistungstest) [5].

Die im Rahmen des CEQAT-DGHS RV-Programm seit 2007 bei den diversen RV gewonnenen Ergebnisse und die hieraus gezogenen Schlussfolgerungen werden in den nachfolgenden Kapiteln vorgestellt.

2 Ringversuche des CEQAT-DGHS

2.1 CEQAT-DGHS

Die Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM), Berlin, und die Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB), Braunschweig, haben eine langjährige Erfahrung bei der Ermittlung und Bewertung der physikalischen Gefahren von Chemikalien.

Im Zusammenhang mit diversen Veränderungen im Chemikalienrecht und Fragen zu Unfallursachen und hiermit verbunden Fragen zur Qualität von Prüfergebnissen wurde von der BAM im Jahr 2007 das Kompetenzzentrum zur Qualitätssicherung für Prüfungen von Gefahrgütern und Gefahrstoffen auf physikalische Gefahren (Centre for quality assurance for testing of dangerous goods and hazardous substances, CEQAT-DGHS, www.ceqat-dghs.bam.de) gegründet.

Im Rahmen dieses Kompetenzzentrums wird seit 2007 ein Ringversuchsprogramm für Prüfmethode zur Ermittlung der physikalischen Gefahren bzw. von sicherheitstechnisch relevanten Stoffdaten durchgeführt, um Aussagen über die Verlässlichkeit der im Labor ermittelten Prüfergebnisse und insbesondere über die Güte der Prüfmethode zu gewinnen.

Die Durchführung von aussagekräftigen RV zur Methodenentwicklung und -validierung ist personal- und zeitaufwendig und erfordert neben der Erfahrung bei der praktischen Anwendung der Prüfmethode im Labor auch Fachkenntnisse zur Konzeption des jeweiligen Ringversuchsdesigns und zur statistischen Auswertung.

Damit solche RV optimal realisiert werden können, betreibt die BAM das Ringversuchsprogramm des CEQAT-DGHS gemeinsam mit der PTB und der QuoData Gesellschaft für Qualitätsmanagement und Statistik mbH, Dresden (spezialisiert auf Ringversuchsplanung, -durchführung und -auswertung). Während BAM und PTB den messtechnischen Teil und die Herstellung der Ringversuchproben realisieren, ist QuoData für das Datenmanagement sowie für die statistische Vorgehensweise und Analyse unter Zuhilfenahme des firmeneigenen Softwarelösungen PROLab [6] verantwortlich.

Eine Übersicht über die derzeit von der BAM und der PTB im Ringversuchsprogramm des CEQAT-DGHS gelisteten Prüfmethode ist in Abbildung 1 dargestellt. Abbildung 1 zeigt ebenfalls die bereits vom CEQAT-DGHS durchgeführten RV sowie die Anzahl der Laboratorien, die Interesse an der Teilnahme an RV des CEQAT-DGHS haben.

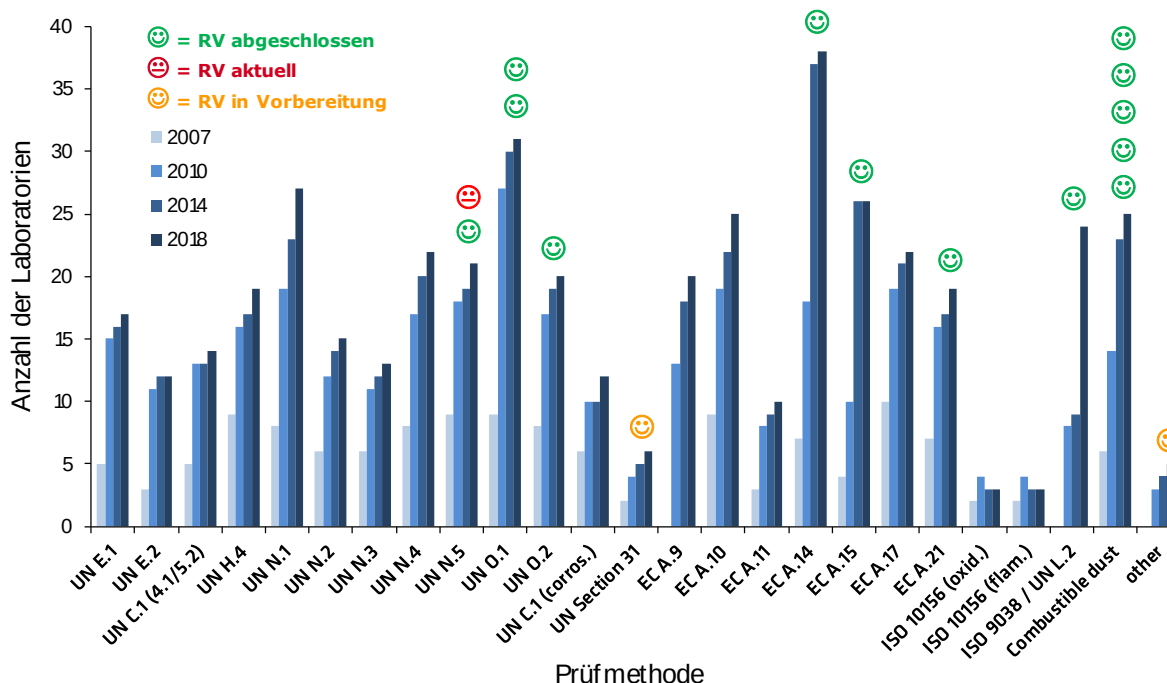


Abbildung 1: Prüfmethode, die derzeit im Ringversuchsprogramm des CEQAT-DGHS gelistet sind, und Anzahl der Laboratorien mit Interesse zur Teilnahme am CEQAT-DGHS Ringversuch und Ringversuche, welche vom CEQAT-DGHS seit 2007 durchgeführt wurden

Die Anzahl der interessierten und an den RV teilnehmenden Laboratorien ist seit der Gründung des CEQAT-DGHS im Jahr 2007 stetig angestiegen. Die aus statistischen Gründen für aussagekräftige RV erforderliche minimale Anzahl von Teilnehmern ist nun bei fast allen Prüfmethoden gegeben. Bei Bedarf kann das Ringversuchsprogramm um weitere Prüfmethoden zur Ermittlung der physikalischen Gefahren bzw. von sicherheitstechnisch relevanten Stoffdaten erweitert werden.

2.2 Datenprüfung bei Ringversuchen des CEQAT-DGHS bei Dateneingang

Eine gute Datenbasis ist die Voraussetzung für eine aussagestarke RV-Auswertung bzw. für eine korrekte Validierung der Prüfmethode. Alle RV des CEQAT-DGHS zeigten, dass eine sorgfältige Durchsicht der von den am RV teilnehmenden Laboratorien zugesendeten Daten zwingend notwendig ist, und zwar hinsichtlich der [7]:

- **Vollständigkeit**, z.B. fehlende Werte,
- **Konformität**, irreguläre Abweichungen von Prüfmethode oder RV-Instruktion,
- **Plausibilität** der Werte der Daten, z. B. „Zahlendreher“,
- **Konsistenz** durch Prüfung mittels der Rohdaten.

Bei den RV des CEQAT-DGHS wurde die Datenprüfung unmittelbar nach Zusendung der Prüfergebnisse vom RV-Teilnehmer durchgeführt, und zwar unabhängig voneinander von unterschiedlichen Experten der RV-Leitung. Bei möglicherweise fehlerhaften Angaben wurde das Laboratorium gebeten, die zugesendeten Angaben zu überprüfen und ggf. zu korrigieren. Die in Abbildung 2 beispielhaft dargestellten Ergebnisse sind hinsichtlich der Anzahl von festgestellten Abweichungen typisch für alle im Rahmen des CEQAT-DGHS durchgeführten RV zur Methodenvalidierung.

Parameter	Sum	Laboratory															
		xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx
Planned test period is not met: 1 st tested sample	9	0	1	1	1	0	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1	1
Planned test period is not met: 2 nd tested sample	5	0	0	0	0	1	0	1	0	1	1	1	1	0	0	0	0
Planned test period is not met: RS 1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Planned test period is not met: RS 2	5	1	0	0	0	1	0	0	1	0	0	1	1	1	1	1	1
Different laboratory assistants within the tests	8	1	1	0	1	1	0	1	1	0	1	0	1	0	1	0	1
Bulk density of the sample not correct calculated	9	0	0	1	1	1	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1
Bulk density of the sample does not comply with the requirements	9	1	1	0	1	1	0	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1
Variation of bulk density > 2 % (related to mean value of all tests)	9	1	1	0	1	1	0	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1
Variation of bulk density > 5 % (related to mean value of all tests)	5	1	1	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1
Wrong distance of the sensor T1 and T2 to the sample basket	3	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0
Difference(s) between sensor T1 und T2 > 2 K	3	1	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	1	0	0	0
Difference(s) between "go" and "no go" temperature > 2 K	11	1	1	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Difference(s) between "go" and "no go" temperature > 2.5 K	6	0	0	1	1	1	0	1	0	0	0	0	0	1	1	1	1
Difference(s) between "go" and "no go" temperature > 3 K	2	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1
Missing calibration (sensor or whole measuring chain)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Missing calibration of the whole temperature test chain	2	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Missing calibration document	2	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	1
Sum		8	7	4	8	9	2	11	5	4	8	12	11				

Abbildung 2: Ergebnisse der Dateneingangsüberprüfung im Validierungs-RV am Beispiel des RV 2016 zur Prüfmethode DIN EN 15188:2007, [rotes Feld/1] = relevante Abweichungen von der Prüfmethode oder von der RV-Instruktion, [blaues Feld/0] = keine Abweichungen, [graues Feld/xx] = anonymisierte Labor-ID-Nummer, [7]

Die bei den RV festgestellte, relativ hohe Anzahl von Abweichungen unterstreicht die Notwendigkeit einer sorgfältigen Überprüfung der Laborangaben, und zwar vor der RV-

Auswertung bzw. vor der statistischen Auswertung zur Ermittlung der RV-Vergleichsstandardabweichung.

2.3 Typische Ergebnisse der Ringversuche des CEQAT-DGHS

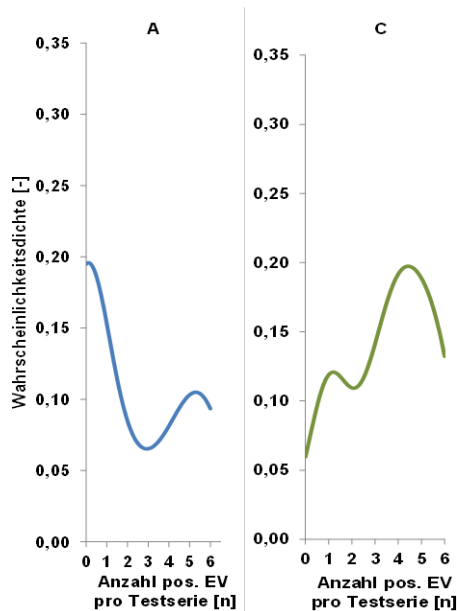
Bei allen seit 2007 mit unterschiedlichen Prüfmethoden durchgeführten RV wurden deutliche Unterschiede zwischen den Ergebnissen der teilnehmenden Laboratorien festgestellt (siehe Ringversuchsberichte [7] - [14]). Einige typische Ergebnisse der seit 2007 durchgeführten Ringversuche sind in Abbildung 3 dargestellt.

Die RV haben gezeigt, dass bei einigen Prüfmethoden die Prüfergebnisse zwischen den teilnehmenden Laboratorien in einem nicht tolerierbaren Maße voneinander abweichen, und zwar auch dann, wenn die Laboratorien die Prüfungen konform der zum Zeitpunkt des Ringversuchs gültigen Prüfmethode durchgeführt hatten. Die unterschiedlichen Prüfergebnisse der einzelnen Laboratorien hätten teilweise z. B. auch zu unterschiedlichen Klassifizierungen / Einstufungen der Chemikalien als Gefahrgut bzw. als Gefahrstoff geführt.

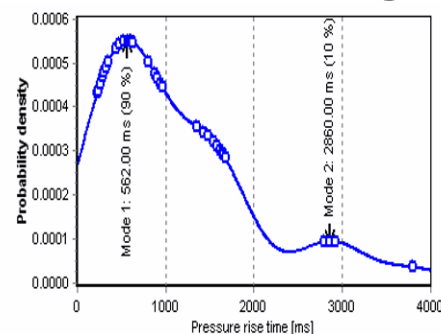
Die in Abbildung 3 dargestellten mehrgipfligen, sogenannten multimodalen Verteilungen der Prüfergebnisse sind ein deutlicher Hinweis, dass nicht nur zufällige Fehler bei den Prüfungen auftreten (mit Messergebnissen, die einer Normalverteilung folgen würden), sondern dass auch systematische/methodische Fehler bei den Prüfungen vorhanden sind.

Im Rahmen der Auswertung der einzelnen Ringversuche konnte gezeigt werden, dass die Abweichungen der Prüfergebnisse tatsächlich nicht nur durch Laborfehler / -abweichungen, sondern auch durch Mängel der Prüfmethoden verursacht wurden (siehe Berichte: [7] - [14]). Prüfmethode Ursachen sind z. B. ungenaue Methodenbeschreibungen, welche zu große Interpretationsspielräume zulassen, und/oder eine zu geringe Standardisierung der Prüfmethode einhergehend mit einem zu hohen Freiheitsgrad bei der Durchführung der Prüfung bzw. bei der Auswahl der Prüftechnik.

RV Fallhammer 2010



RV UN O.2 Oxidiser, flüssig 2009



RV A.15 Zündtemperatur, flüssig 2012

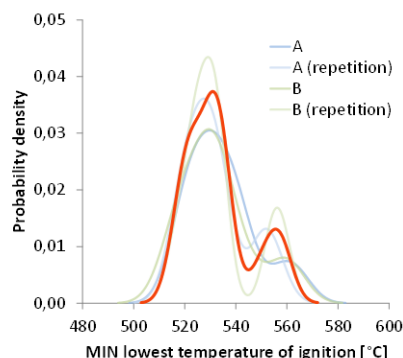


Abbildung 3: Typische Verteilung der Ergebnisse einiger seit 2007 vom CEQAT-DGHS durchgeführten RV – Kurven der Kerndichteschätzungen der von den teilnehmenden Laboratorien zugesandten Prüfergebnisse, [9], [10], [13]

Es steht somit die Frage sowohl nach der Verbesserung von Verifizierungsmöglichkeiten, z. B. durch die Entwicklung von geeigneten Verfahren zur Funktionsprüfung der Prüfapparaturen gemäß DIN EN ISO/IEC 17025, Kapitel 7.7.1, im einzelnen Laboratorium, als auch der Verbesserung der Prüfmethoden.

Im Fokus der derzeit vom CEQAT-DGHS durchgeführten Ringversuche stehen somit Ringversuche zur Verbesserung, Entwicklung und Validierung der Prüfmethoden und nicht Ringversuche als Eignungs- bzw. Leistungstest zwischen Laboratorien (siehe Abbildung 4).

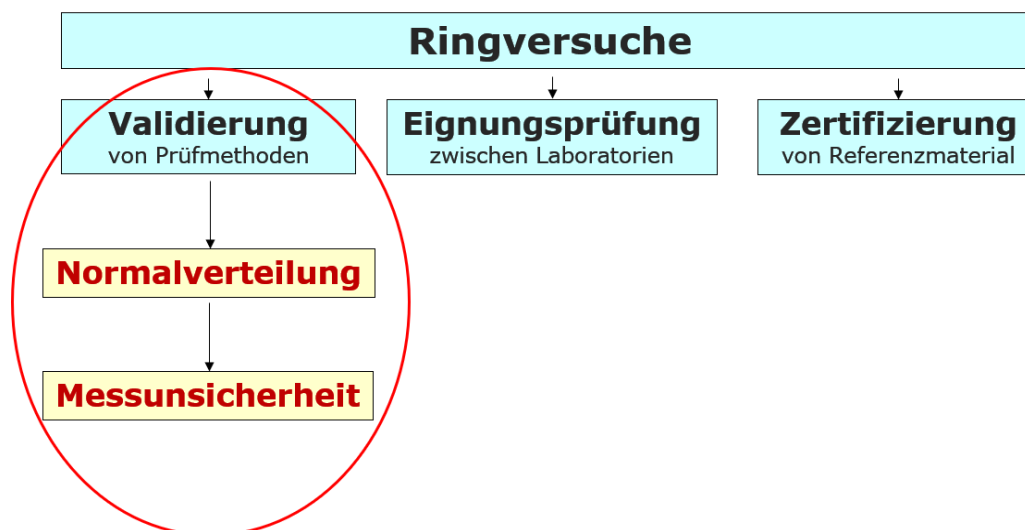


Abbildung 4: Unterschiedliche Arten von Ringversuchen (rot eingekreist sind Ringversuche, die aktuell von CEQAT-DGHS durchgeführt werden)

2.4 Messunsicherheit bei Ringversuchen des CEQAT-DGHS

Es ist es wichtig zu wissen, wie gut die Prüfmethode ist, mit der ein Gefahrgut oder Gefahrstoff klassifiziert / eingestuft bzw. mit der sicherheitstechnisch relevante Stoffdaten ermittelt werden. Ein wichtiges Kriterium hierfür ist die Messunsicherheit der Prüfmethode. Man kann durchaus auch einfache Prüfmethoden mit großen Fehlergrenzen wählen, aber die Messunsicherheiten sollten immer zusammen mit den Prüfergebnissen angegeben werden, damit die Sicherheitsfachkräfte korrekt bewerten und entscheiden können, z. B. bei der Auswahl von passenden Schutzmaßnahmen.

Mit Hilfe von Ringversuchen zur Methodenentwicklung und -validierung kann die Messunsicherheit der Prüfmethode effizient ermittelt werden [3], [4], [15], und zwar als Gleichung (1):

$$\text{'Laborergebnis'} = \text{'Messergebnis'} \pm U, \quad (1)$$

wobei erweiterte Messunsicherheit $U = k \cdot u$ mit $u = SR$ aus dem Validierungs-RV.

Der Erweiterungsfaktor k entspricht dem coverage factor k gemäß GUM [15]. SR ist die im Validierungs-RV ermittelte Vergleichsstandardabweichung, welche für die Angabe der Messunsicherheit benutzt werden kann [3], [4].

Zum Beispiel konnte die Messunsicherheit für Aceton und n-Heptan im Validierungs-RV 2012-2013 zur Prüfmethode EN 14522:2005 "Determination of the auto ignition temperature of gases and vapours" / IEC 60079-20-1, part 7 "Method of test for auto-ignition temperature" (A.15 Zündtemperatur flüssig) für den Parameter MINLTI (minimum value of the lowest temperatures of ignition of the 3 or 5 trials measured by Method S of EN 14522:2005, section 4.5.2.2 / IEC 60079-20-1, part 7) ermittelt werden, und zwar wie in Gleichung (2) und (3) angegeben [9]:

- Messunsicherheit der Prüfmethode von MINLTI für Aceton:

$$\text{'Laboratory's result'} = \text{'MINLTI'} \pm 2 * 7,9 \text{ }^{\circ}\text{C} = \text{'MINLTI'} \pm 15,8 \text{ }^{\circ}\text{C} (k=2) \quad (2)$$

- Messunsicherheit der Prüfmethode von MINLTI für n-Heptan:

$$\text{'Laboratory's result'} = \text{'MINLTI'} \pm 2 * 2,5 \text{ }^{\circ}\text{C} = \text{'MINLTI'} \pm 5,0 \text{ }^{\circ}\text{C} (k=2) \quad (3)$$

Bei der Bestimmung der Messunsicherheit der Prüfmethode mittels Validierungs-RV können bei der entsprechenden Berechnung der Vergleichsstandardabweichung SR nur Prüfergebnisse von Laboratorien, die die Anforderungen der Prüfmethode bzw. der RV-Instruktion eingehalten haben (siehe Kapitel 2.2 Datenprüfung), berücksichtigt werden. Das Prinzip ist in Abbildung 5 dargestellt, wobei die grau hinterlegten Laborergebnisse nicht bei der Berechnung der Vergleichsstandardabweichung SR und sie somit auch nicht bei der Darstellung der Messunsicherheit (siehe Gleichung (2) und (3)) berücksichtigt werden.

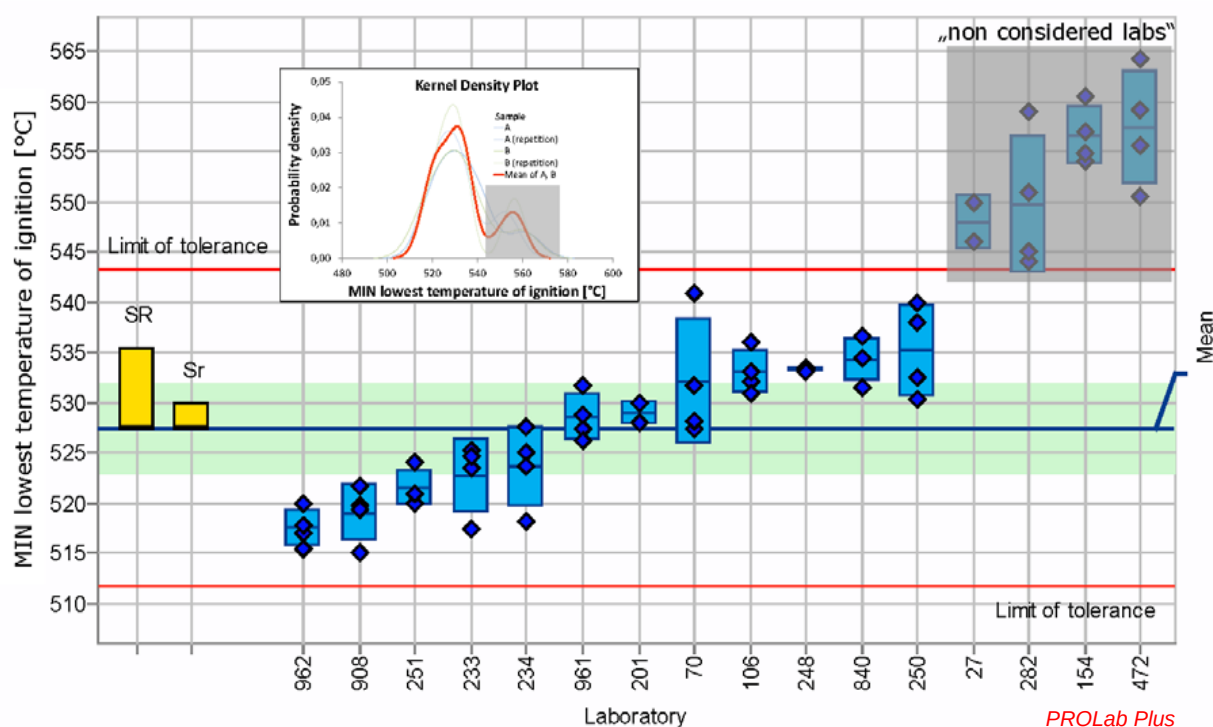


Abbildung 5: Verteilung der Laborergebnisse und Auswertung des Validierungs-RV zur Prüfmethode EN 14522:2005 "Determination of the auto ignition temperature of gases and vapours" / IEC 60079-20-1, part 7 "Method of test for auto-ignition temperature" (A.15 Zündtemperatur flüssig) für Aceton, [dunkelblaue Diamanten] = Einzelwerte der MIN lowest temperature of ignition, [SR] Vergleichsstandardabweichung s_R , [Sr] = Wiederholstandardabweichung s_r , [9]

Es ist zu berücksichtigen, dass die im Validierungs-RV für die validierte Prüfmethode ermittelte erweiterte Messunsicherheit U (Gleichung (1)) nur dann von den Laboratorien angewendet werden dürfen, wenn diese bestimmte Kriterien erfüllen, z.B. die erfolgreiche Teilnahme an RV-Eignungsprüfungen [3], [9].

3 Schlussfolgerungen

In Anbetracht der bisherigen Ergebnisse aus den seit 2007 durchgeführten RV des CEQAT-DGHS können zunächst folgenden Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Bei allen bisher untersuchten Prüfmethoden besteht ein Verbesserungsbedarf. Die RV des CEQAT-DGHS zielen daher zunächst auf die Methodenentwicklung, -verbesserung und -validierung ab und nicht auf Eignungsprüfungen (Leistungstests).
- Zur Vermeidung von Unstimmigkeiten bei der Einstufung und Kennzeichnung, sowie bei der Klassifizierung sollten die Prüfmethoden validiert sein und die Prüfergebnisse sollten durch die Messunsicherheit charakterisiert werden.
- Das Labormanagement und die praktische Durchführung der Prüfung sind in vielen Laboren verbesserungsbedürftig.
- Der Begriff „Erfahrung der Prüfer“ ist kritisch zu betrachten: Eine „lange Erfahrung mit vielen Prüfungen“ ist nicht unbedingt ein Garant für richtige Ergebnisse [9], [10].

Ringversuchsprogramme, wie z.B. das vom CEQAT-DGHS, sind dringend erforderlich und weiter auszubauen. Gegenwärtig wird das RV-Programm von der BAM in Zusammenarbeit mit der PTB und der QuoData GmbH betrieben. Die Methodenvvalidierung mittels RV ist jedoch sehr aufwendig und derzeit kann mit den im CEGAT-DGHS verfügbaren Ressourcen maximal ca. 1 RV pro Jahr durchgeführt werden.

Literaturverzeichnis

- [1] Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission vom 30. Mai 2008 zur Festlegung von Prüfmethoden gemäß der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH), Amtsblatt der Europäischen Union, L 142, 31.5.2008
- [2] Recommendations on the Transport of Dangerous Goods, Manual of Tests and Criteria, Sixth revised edition, United Nations, New York and Geneva, 2015, <https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:kobv:b43-473792>
- [3] Hässelbarth W (2004) BAM-Leitfaden zur Ermittlung von Messunsicherheiten bei quantitativen Prüfergebnissen. Forschungsbericht 266. BAM, Berlin. ISBN 3-86509-212-8
- [4] ISO/TS 21748:2004 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation
- [5] DIN EN ISO/IEC 17025 Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien, Beuth Verlag, Berlin
- [6] ProLab Plus – The software package for method interlaboratory tests and proficiency tests; specially modified version of the software package, QuoData GmbH, Dresden
- [7] Frost K, Lüth P, Schmidt M, Simon K, Uhlig S (2016) Evaluation of the interlaboratory test 2015-2016 on the method DIN EN 15188:2007 "Determination of the spontaneous ignition behaviour of dust accumulations" Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9818270-0-2, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/38734>
- [8] Brandes E, Colson B, Frost K, Lüth P, Simon K, Stolz T, Uhlig S (2017) Evaluation of the interlaboratory test 2015 – 2016 on the method UN Test L.2 "Sustained combustibility test" / EN ISO 9038:2013 "Determination of sustained combustibility of liquids" Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9818270-3-3 <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/41027>
- [9] Lüth P, Brandes E, Stolz T (2014) Interlaboratory test 2012-2013 on the method EN 14522:2005 "Determination of the auto ignition temperature of gases and vapours" / IEC 60079-20-1, part 7 "Method of test for auto-ignition temperature" Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9816380-0-4, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/30686>

- [10] Lüth P, Kurth L (2013) Ringversuch mit dem Fallhammer gemäß Abs. 1.6.2 Mechanische Empfindlichkeit (Schlag) der Methode A.14 Explosionsgefahr 2011 - Kurzbericht, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9815748-6-9, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/28856>
- [11] Kunath K, Lüth P, Schmidt M, Simon K, Uhlig S (2013) Evaluation of the interlaboratory test 2010-2011 on the method DIN EN 15188:2007 "Determination of the spontaneous ignition behaviour of dust accumulations" Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9815748-4-5, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/28297>
- [12] Kunath K, Lüth P, Uhlig S (2011) Interlaboratory test on the method UN test N.5 / EC A.12 'Substances which, in contact with water, emit flammable gases' 2007 Short report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9814634-1-5, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/25094>
- [13] Antoni S, Kunath K, Lüth P, Simon K, Uhlig S (2011) Evaluation of the interlaboratory test on the method UN O.2 / EC A.21 'Test for oxidizing liquids' 2009 - 2010 Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9814634-0-8, <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/25090>
- [14] Antoni S, Kunath K, Lüth P, Schlage R, Simon K, Uhlig S, Wildner W, Zimmermann C (2010) Evaluation of the interlaboratory test on the method UN test O.1 'Test for oxidizing solids' with sodium perborate monohydrate 2005 / 06 Final report, BAM, Berlin. ISBN 978-3-9814281-2-4 <https://opus4.kobv.de/opus4-bam/frontdoor/index/index/docId/25091>
- [15] Joint Committee for Guides in Metrology (2008) Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM 1995 with minor corrections) BIPM, <http://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>
- [16] Joint Committee for Guides in Metrology (2012) International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM 3rd edition) JCGM 200:2012 (JCGM 200:2008 with minor corrections) BIPM; <https://www.bipm.org/en/publications/guides/vim.html>