



Ringversuch 2018

Bestimmung physikalisch-chemischer Parameter in einer Intimseife und einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Düsseldorf, 20.12.2018

(korrigierte Version vom 13.02.2019:

Labornummer in Abb. 69 von 20 auf 19 korrigiert, fehlende
Abbildung für Labor 20 als Abb. 70 eingefügt, Labornummer in
Abb. 79 von 29 auf 30 korrigiert)



Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	4
Zusammenfassung und Ausblick	6
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	8
Intimseife, Ergebnisübersicht pH-Wert	9
Intimseife, Ergebnisübersicht Dichte	10
Intimseife, Ergebnisübersicht Brechungsindex	11
Intimseife, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	12
Intimseife, Ergebnisübersicht Wassergehalt	13
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter der Intimseife	14
Intimseife, Ergebnisübersicht Rheologie	15
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung	18
Intimseife, Ergebnisübersicht Glyceringehalt	20
Intimseife, Ergebnisübersicht Panthenol	21
Intimseife, Ergebnisübersicht Zitronensäure	22
Intimseife, Ergebnisübersicht Chlorid	23
Intimseife, Ergebnisübersicht Salicylsäure	24
Intimseife, Ergebnisübersicht Benzoesäure	25
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe der Intimseife	26
DOSS, Ergebnisübersicht pH-Wert	27
DOSS, Ergebnisübersicht Dichte	28
DOSS, Ergebnisübersicht Brechungsindex	29
DOSS, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	30
DOSS, Ergebnisübersicht Wassergehalt	31
DOSS, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)	32
DOSS, Ergebnisübersicht Rheologie	33
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung	36
DOSS, Ergebnisübersicht waschaktive Substanz	37
DOSS, Ergebnisübersicht Ethanol	38
Kommentar der Fachgruppe zur DOSS-Analytik	39
Zusammenfassung / Schlussfolgerungen	41
Anhang	42



Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe 15 Ringversuche durchgeführt, die für Laboratorien der kosmetischen Industrie als Angebot dienen sollten, eine Standortbestimmung bezüglich der Qualität der eigenen Analytik zu ermöglichen (Ringversuchsauswertungen siehe ww.dgk-ev.de). Aufgrund der positiven Resonanz durch die Teilnehmer entschloss sich die Fachgruppe, auch in 2018 einen Ringversuch durchzuführen, welcher wieder als Zertifikats-Ringversuch ausgerichtet wurde.

Das Kriterium für eine erfolgreiche Teilnahme ist, dass 80% der untersuchten Parameter erfolgreich bestimmt werden, d.h. dass der Z_u -Score innerhalb eines Toleranzbereiches von +2 bis -2 liegt (Details hierzu finden Sie unter dem Punkt „Statistik“). Dies setzt die Bestimmung von mindestens fünf Parametern durch das teilnehmende Labor voraus. Ist ein Parameter von weniger als 5 Laboratorien bestimmt worden, so wird dieser Parameter bei der Auswertung nicht berücksichtigt. Die Angaben der Teilnehmer zur Methode sollten eindeutig sein; die pro Parameter geforderten zwei Werte sollen als Wiederholmessung aus einer einzigen Methode angegeben werden und nicht als zwei Werte aus unterschiedlichen Methoden. Wenn die Angaben nicht eindeutig sind, kann der Parameter nicht als bestanden gewertet werden.

Untersucht wurden diesmal ein Intimseife sowie ein Rohstoff. Sowohl das Intimseife als auch der Rohstoff wurden in einem neutralen Gebinde zur Verfügung gestellt.

Untenstehende - nach Meinung der Fachgruppe typische und in der Praxis der Qualitätskontrolle relevante Parameter waren zur Prüfung vorgesehen:

Ringversuch „Intimseife“:

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Trockenrückstand, Wassergehalt, Glycerin, Panthenol, Zitronensäure, Chlorid, Salicylsäure, Benzoesäure und Rheologie

Ringversuch „Rohstoff“:

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Trockenrückstand, Wassergehalt, Farbzahl, Waschaktive Substanz, Ethanol und Rheologie.

Als Rohstoff kam 2018 Natrium-Diisooctyl-Sulfosuccinat zum Einsatz, im Folgenden als DOSS abgekürzt.

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2018 als Laborvergleichsuntersuchung konzipiert und diente nicht der Validierung von Prüfmethoden. Daher wurden den Teilnehmern nur die zur Durchführung notwendigen Angaben zu Prüfmethoden vorgegeben.

Der Probenversand wurde im April 2018 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 30. Juni 2018. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab September 2018.



Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte

Grundlage:

Die Grundlage für die Durchführung und Auswertung des Ringversuchs ist die Norm DIN 38402-A45, welche die Kriterien für die Durchführung von Ringversuchen zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien festlegt. Im Unterschied dazu dienen die Normen DIN 38402-A41 und DIN 38402-A42 zur Gewinnung quantitativer Aussagen über die Zuverlässigkeit von Analyseverfahren.

Zielsetzung:

Die Teilnahme an Ringversuchen in verschiedenen Prüfbereichen bietet jedem Analytik- oder QS-Labor die Möglichkeit, seine Leistungsfähigkeit objektiv darzustellen. Ringversuche zur Qualitätskontrolle von Prüflaboratorien als externe Qualitätssicherungsmaßnahme dienen sowohl den Laboren und den darin beschäftigten Mitarbeitern als auch einer nachfragenden Stelle als vertrauensbildende Maßnahme.

Durchführung:

Es sind einheitliche Vorgehensweisen bei der Durchführung und Bewertung von Eignungsprüfungen einzuhalten, um möglichst gleiche Qualitätskriterien bei der Bewertung von Laboratorien zugrunde legen zu können. In diesem Zusammenhang werden die organisatorischen, personellen, räumlichen, messtechnischen und bewertenden Rahmenbedingungen der Ringversuchsveranstalter charakterisiert.

Die Durchführung von Ringversuchen zur Laborprüfung muss in der Hand von Fachleuten liegen, die sowohl mit den Anforderungen an die Planung, Durchführung und Auswertung von Ringversuchen, als auch mit den zu prüfenden Analyseverfahren vertraut sind und ihre Fachkenntnis nachgewiesen haben.

Die ausführende Stelle muss unabhängig, unparteiisch und rechtlich eindeutig zu identifizieren sein. Sie muss frei von kommerziellen, finanziellen und sonstigen Interessen Dritter sein, welche die Bewertungsergebnisse von Laboratorien beeinflussen können.

Für die Ringversuche müssen ein Ringversuchsleiter und ein Stellvertreter benannt sein, welche die Gesamtverantwortung tragen. Sie müssen die notwendige fachliche Qualifikation und ausreichende Erfahrung bei der Anwendung und Bewertung der Analyseverfahren nachweisen können.

Alle Beteiligten müssen die notwendige Geheimhaltung aller Daten und Informationen einhalten.

Um die jeweiligen Ringversuchssysteme dem Stand der Technik anpassen zu können und um alle fachlichen Anforderungen an die Ringversuche angemessen berücksichtigen zu können, muss eine Organisations- und Bewertungsgruppe eingesetzt werden, die regelmäßig zusammentritt und mit Fachleuten aus allen betroffenen Fachgebieten besetzt ist.



Statistik:

Die erhaltenen Messwerte der Teilnehmer werden gemäß DIN 38402-A45 mit der kommerziell erhältlichen Software ProLab (Hersteller: QuoData GmbH, Dresden) statistisch ausgewertet.

Eine Qualitätsbewertung von Laboratorien kann auf Grundlage normierter Abweichungen der jeweiligen Analysenergebnisse von einem konventionell richtigen Wert („Sollwert“, hier: Mittelwert der Labor Messwerte) erfolgen. Diese Abweichungen der Analysenergebnisse vom Sollwert werden in so genannten Z-Scores ausgedrückt:

$$Z\text{- Score} = (\text{Analysenergebnis} - \text{Sollwert}) / \text{Vergleichsstandardabweichung}$$

Bei Parametern, die grundsätzlich keine negativen (Mess-) Werte annehmen können, empfiehlt die DIN 38402-A45, als Qualitätskriterium modifizierte Z-Scores, so genannte Z_u -Scores heranzuziehen. Daher werden im Rahmen dieser Ringversuchsauswertung Z_u -Scores berücksichtigt.

Unter der Annahme, dass die Analysenergebnisse normalverteilt sind, gilt ein Messwert üblicherweise als akzeptabel, wenn der Z_u -Score innerhalb eines Toleranzbereiches von +2 bis -2 liegt. Das Vorzeichen der Z_u -Scores zeigt die Richtung der Fehlbestimmung an (+ = zu viel gefunden, - = zu wenig gefunden).

In den folgenden Graphiken zeigen alle blauen Balken die Z_u Scores, die innerhalb des Toleranzbereiches von +/- 2 liegen, Z_u Scores im Bereich >2 und ≤3 sind durch gelbe Balken und Z_u Scores >3 durch rote Balken gekennzeichnet. Der Übersichtlichkeit wegen sind alle Z_u Scores, die größer sind als +/- 4 bei dem Wert von 4 abgeschnitten, wobei der genaue Wert jeweils angegeben wird.

Die in den Graphen der Messwerte ermittelten Werte können wie folgt erklärt werden:

Sollwert ist der durch die in der DIN angegebene Methode ermittelte Mittelwert der Messwerte aller Laboratorien (robuste Mittelwert Schätzung). Er entspricht nicht dem arithmetischen Mittelwert und er beinhaltet alle Messwerte, wobei allerdings Ausreißer mit einer anderen Wichtung gerechnet werden, als reguläre Messwerte.

Rel. Soll-Stdabw. (rel. Vergleichsstandardabweichung) ist die aus den Sollwerten und dem Labormittelwert errechnete relative Standardabweichung zwischen den Laboratorien. Auch hier gilt die über die Ermittlung des Mittelwertes erläuterte Methodik.

Rel. Wiederhol-Stdabw. ist die relative Standardabweichung der Mehrfachbestimmung eines Labors.

Toleranzgrenzen sind die ermittelten 2-Sigma-Warn Grenzen, die man als Grenzwerte z.B. für eine Spezifikation eines kosmetischen Produktes einsetzen könnte, wenn die analytischen Werte an unterschiedlichen Prüforten (das können verschiedene Stationen in der Produktion oder auch unterschiedliche externe Laboratorien sein) ermittelt werden. In der Praxis liegen die gewünschten Spezifikationsgrenzen oft wesentlich enger zusammen. Allerdings werden die Werte dann auch mit einer kleineren Bandbreite von Messstationen ermittelt, so dass insgesamt eine kleinere Standardabweichung zu erwarten ist.

Zusammenfassung und Ausblick

Auch bei dieser Laborvergleichsstudie handelt es sich natürlich um eine Momentaufnahme; um zu weiteren Aussagen zu kommen, plant die Fachgruppe einen weiteren Ringversuch in 2019 durchzuführen.

Jeder Teilnehmer kann hier nach Meinung der Fachgruppe einen durchaus interessanten Eindruck von seiner „Analytik“ im Vergleich zu anderen Laboratorien erhalten.

Die folgende Grafik liefert eine Übersicht über das Ergebnis der Teilnehmer, richtige Ergebnisse sind grün, falsche rot eingefärbt.

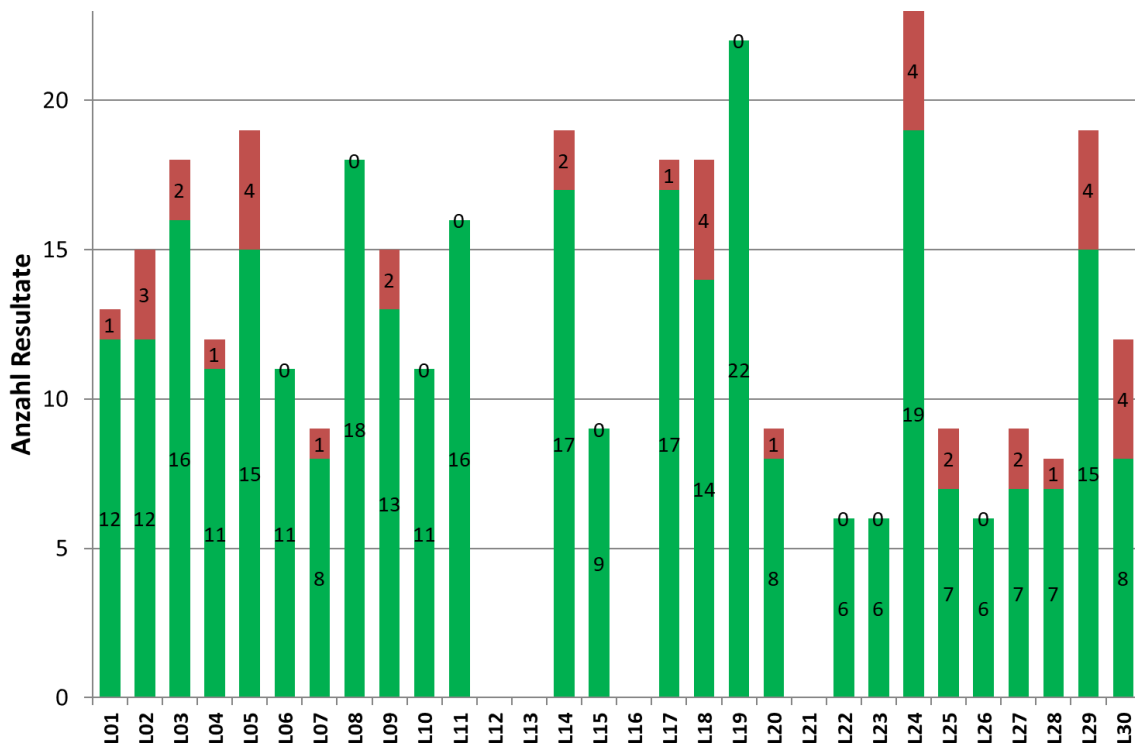


Abbildung 1: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer

Neun der 26 in 2018 teilnehmenden und bewerteten Labore haben alle abgegebenen Ergebnisse richtig bestimmt, 6 Labore konnten die geforderten 80% richtige Ergebnisse nicht erreichen. Vier weitere Labore hatten keine Ergebnisse eingereicht.

Das hier dargestellte Ergebnis darf nicht darüber hinwegtäuschen, dass die Streuung der Messwerte bei vielen Parametern sehr groß war. Die entsprechende rel. Vergleichsstandardabweichung ist in den Details zu jedem Messparameter angegeben.

Auch gab es dieses Jahr wieder Fälle mutmaßlicher Übertragungsfehler und Zahlendreher sowie Einzelfälle auffallend großer Unterschiede in den Wiederholungsmessungen. Die Fachgruppe weist darauf hin, dass auch eine Plausibilitätsprüfung der Messergebnisse zur guten Laborpraxis gehört.

Aufgrund der Auswertung nach DIN werden keine Ausreißer bestimmt, sondern abweichende Ergebnisse werden mit einer entsprechend geringeren Wichtung gewertet.

In den folgenden Graphiken mit Z_u-Scores sind die „richtigen“ Ergebnisse (Z_u-Score im Rahmen der zulässigen Toleranz, also <2,0) in blau und die „falschen“ Ergebnisse in rot dargestellt.

Die folgende Graphik zeigt die Übersicht der Ergebnisse pro Parameter für die Intimseife.

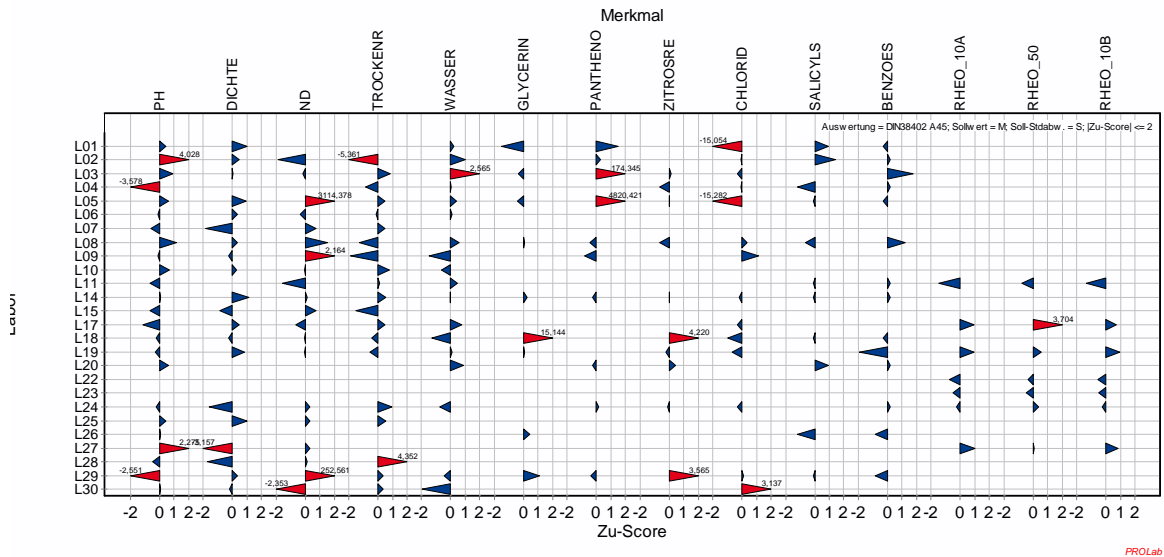


Abbildung 2: Z_u-Scores pro Parameter; Matrix Intimseife

Die folgende Graphik zeigt die Übersicht der Ergebnisse pro Parameter für den Rohstoff.

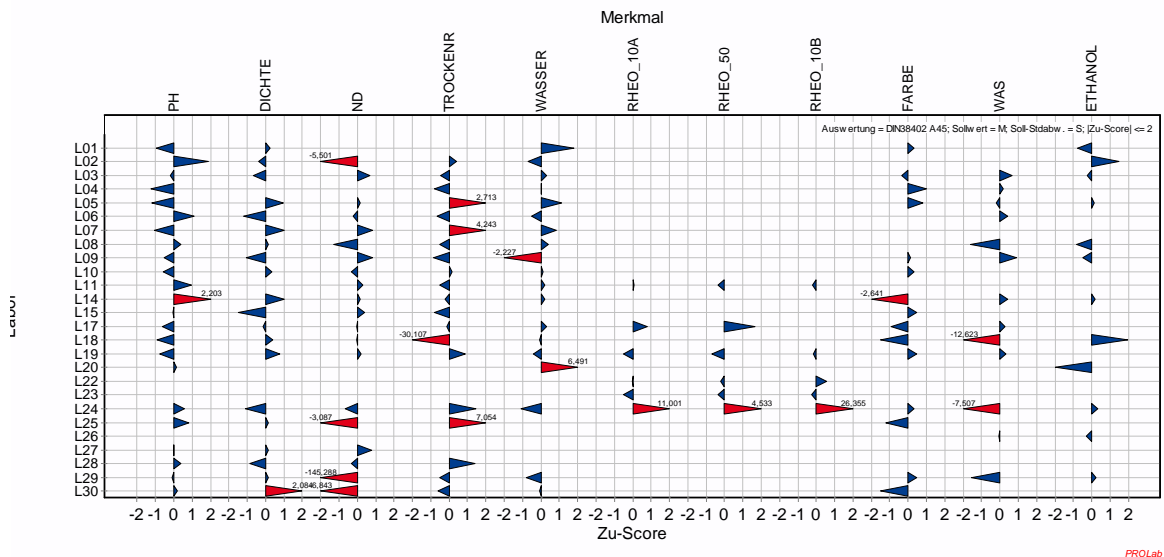


Abbildung 3: Z_u-Scores pro Parameter; Matrix Rohstoff

Weitere Details werden in der Beschreibung der Versuchsergebnisse des jeweiligen Parameters genannt.



Erläuterung zur Ergebnisübersicht

Die folgende Ergebnisübersicht ist prinzipiell immer nach dem gleichen Schema aufgebaut:

- Angabe der Randbedingungen, die für die Bestimmung des Parameters von der Fachgruppe als notwendig erachtet wurden.
- Angabe über die Zahl der Labore, die diesen Parameter bestimmt haben, des errechneten Sollwertes (Mittelwertes) und der errechneten rel. Vergleichs-Standardabweichung und der rel. Wiederhol-Standardabweichung. Wurde ein Messwert mit einer anderen Anzahl von Nachkommastellen als vorgegeben mitgeteilt, so wurde der Messwert auf die vorgegebene Nachkommastellenzahl gerundet. Alle Berechnungen erfolgten mit der vorgegebenen Anzahl an Nachkommastellen
- Tabellarische Übersicht der Messwerte der Labore unter Kennzeichnung der „falschen“ Werte in rot und mit Stern* (für den schwarz/weiß Ausdruck).
- Graphik der Messwerte pro Teilnehmer (beide geforderten Einzelbestimmungen werden angegeben) nach ansteigenden Zahlenwerten (ohne Herausstellung der falschen Werte) unter Angabe der statistischen Daten im Kopf der Graphik. Hat ein Teilnehmer mehr als 2 Werte angegeben, wurden der höchste und der niedrigste Wert verwendet. Wurde nur ein einzelner Messwert angegeben, wurde dieser doppelt angegeben.
- Graphik der Z_u Scores mit den richtigen Werten in blau und den falschen in gelb bzw. rot unter Angabe des genauen Z_u Scores.

Intimseife, Ergebnisübersicht pH-Wert

Zur Bestimmung des pH-Wertes wurden folgende Vorgaben gemacht: direkt, 20°C; Ergebnisanzeige mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter pH-Wert bestimmten 24 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 4,58; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,18 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,32 %.

Tabelle 1: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	4,60	4,79	4,63	4,38	4,61	4,57	4,54	4,64	4,57	4,62	4,54			4,58	4,54
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
pH-Wert		4,52	4,56	4,56	4,61				4,56	4,60	4,58	4,70	4,55	4,44	4,58

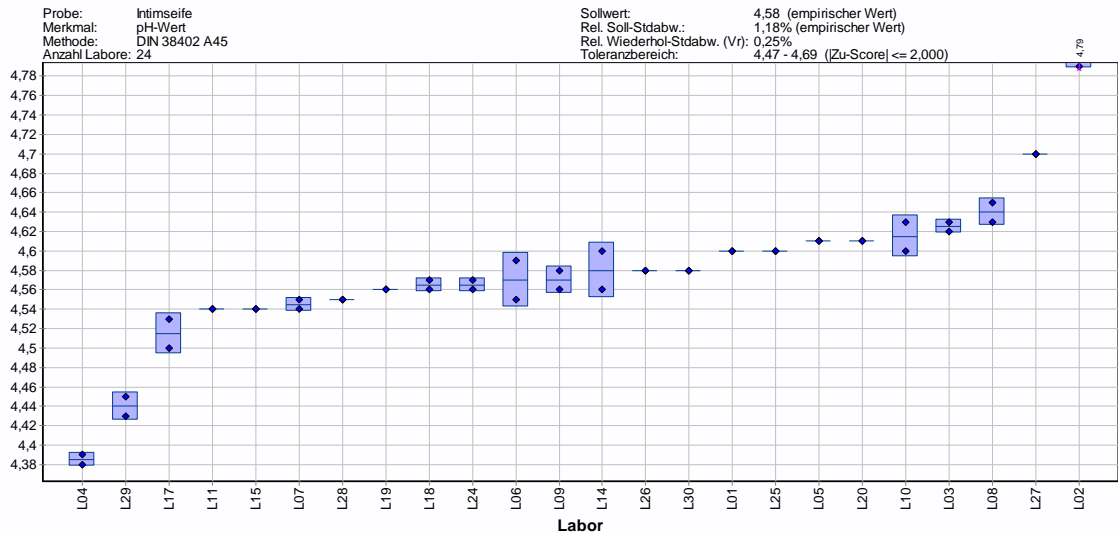


Abbildung 4: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

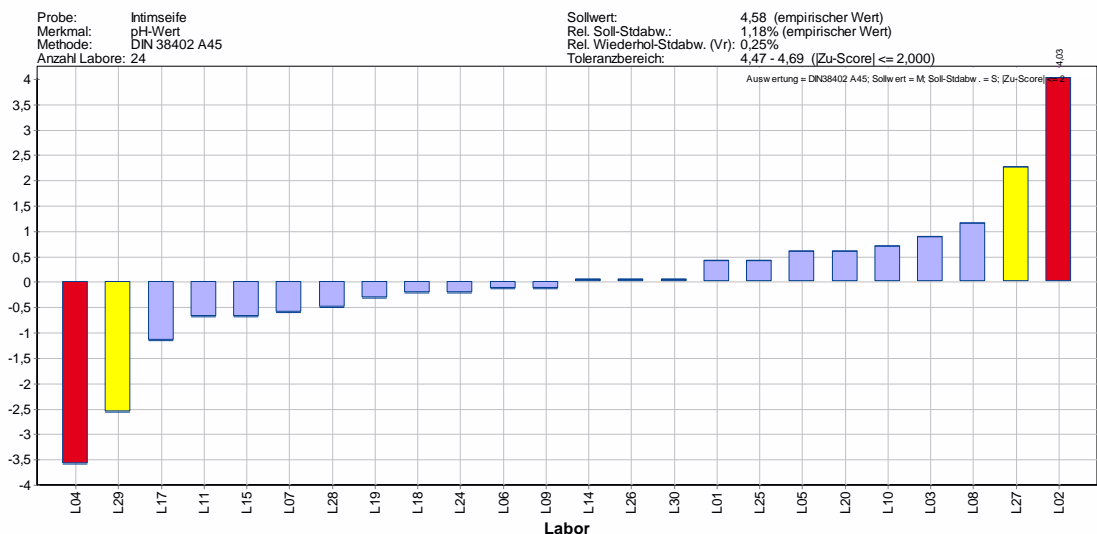


Abbildung 5: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Dichte

Zur Bestimmung der Dichte wurden folgende Vorgaben gemacht: 20°C; Ergebnisangabe in [g/mL] mit vier Nachkommastellen.

Den Parameter Dichte bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,0329 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,04 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 2: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/mL)	1,0334	1,0332	1,0330		1,0333	1,0331	1,0321	1,0331	1,0328	1,0330				1,0335	1,0326
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/mL)		1,0332	1,0328	1,0333					1,0322	1,0334		1,0315	1,0322	1,0331	1,0329

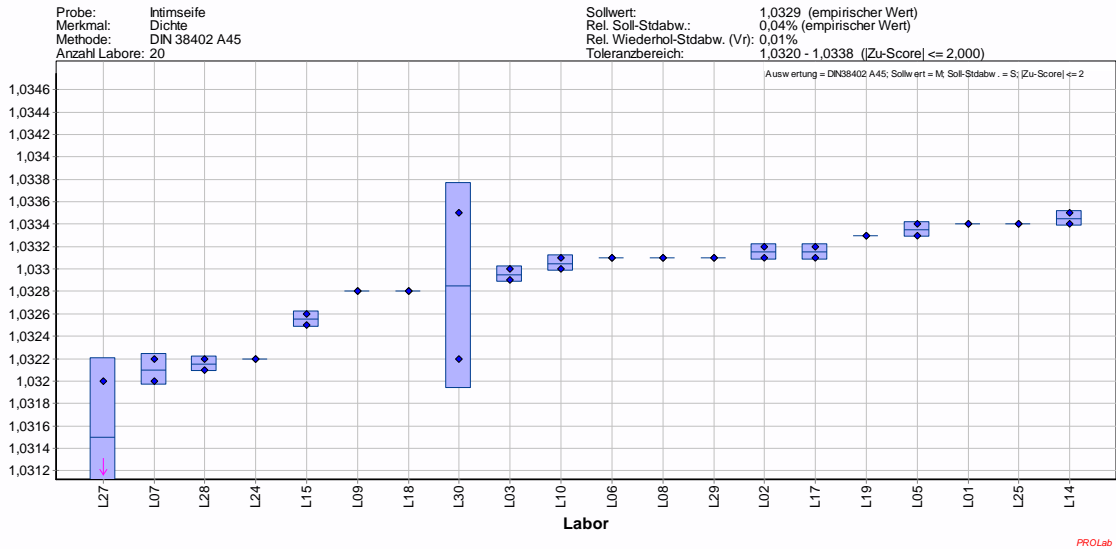


Abbildung 6: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

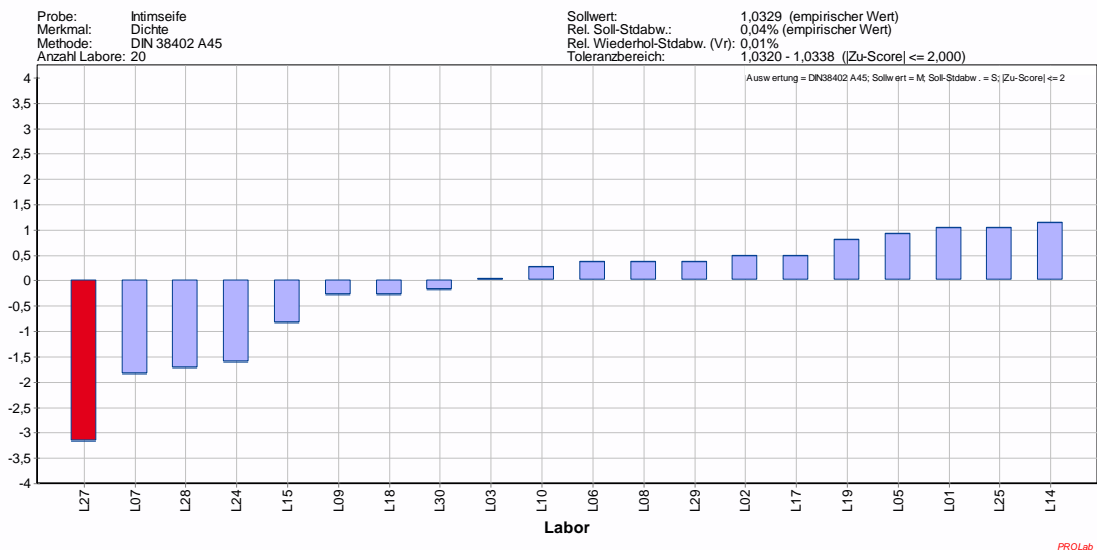


Abbildung 7: Dichte, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Brechungsindex

Zur Bestimmung des Brechungsindex wurden folgende Vorgaben gemacht: 20°C; nD mit vier Nachkommastellen.

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,3535, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,02 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 3: Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert		1,3529	1,3535		2,3535	1,3534	1,3537	1,3540	1,3542	1,3535	1,3530			1,3535	1,3538
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert		1,3533	1,3535	1,3535					1,3536	1,3536		1,3536	1,3535	1,4346	1,3527

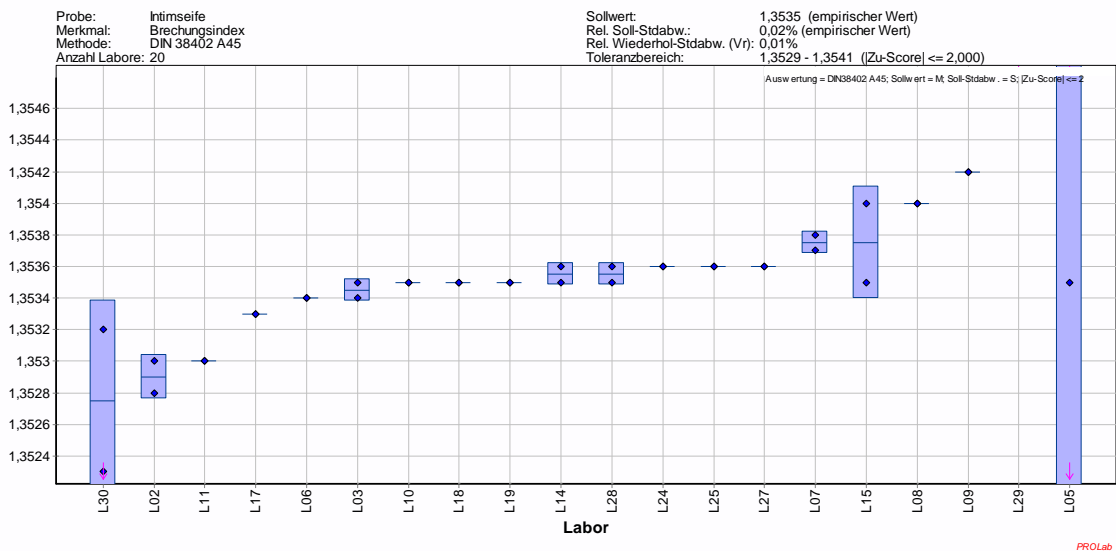


Abbildung 8: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

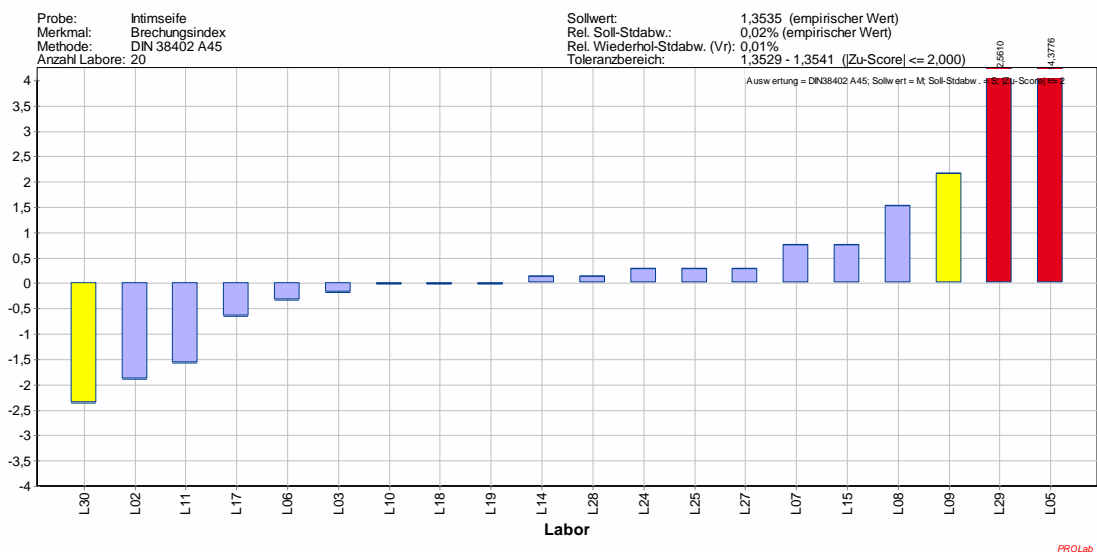


Abbildung 9: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

Intimseife, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

Zur Bestimmung des Trockenrückstandes wurden folgende Vorgaben gemacht: Infrarot-Trockner bei 105°C auf Filter für IR-Trockner bzw. Seesand, Einwaage 1,5 g, Gewichtskonstanz; Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 13,4 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,50 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,97 %.

Tabelle 4: Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)		10,3	13,9	12,9	13,7	13,4	13,7	12,6	12,3	13,9	13,5			13,8	12,5
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)		13,7	13,1	13,1					14,0	13,8			16,1	13,6	13,7

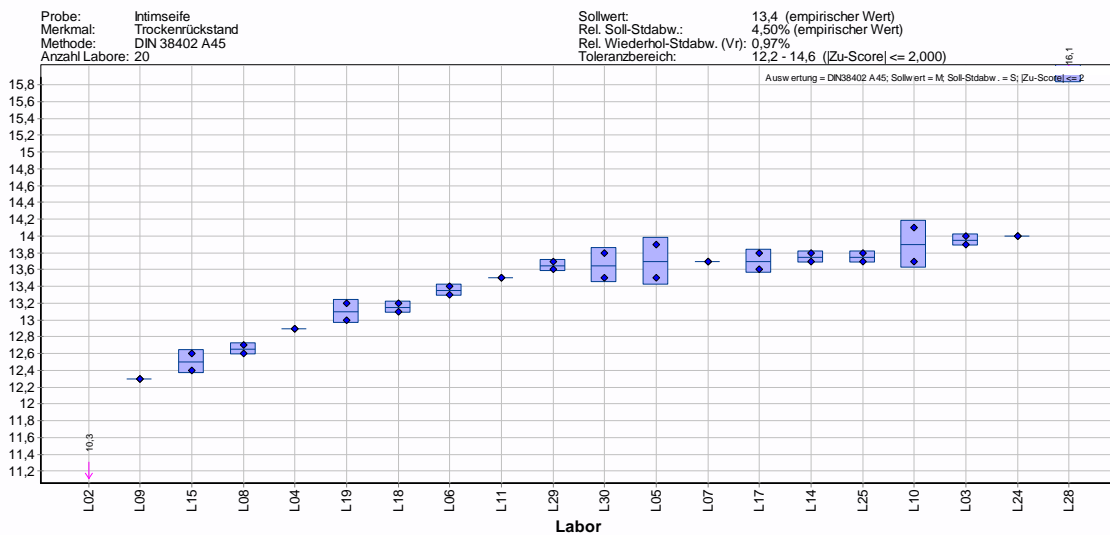


Abbildung 10: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

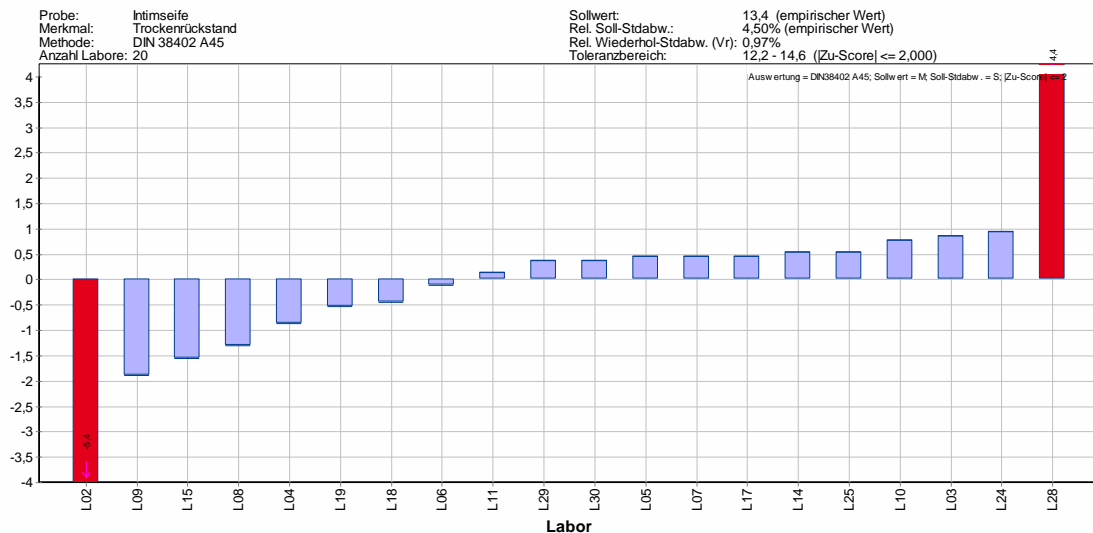


Abbildung 11: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores



Intimseife, Ergebnisübersicht Wassergehalt

Zur Bestimmung des Wassergehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Karl-Fischer; Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 18 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 85,4 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,99 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,34 %.

Tabelle 5: Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	85,8	87,2	89,8	85,5	86,1	85,6		86,5	83,0	84,4	86,3			85,4	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)		86,7	83,2	85,6	87,0				84,2					84,7	82,2

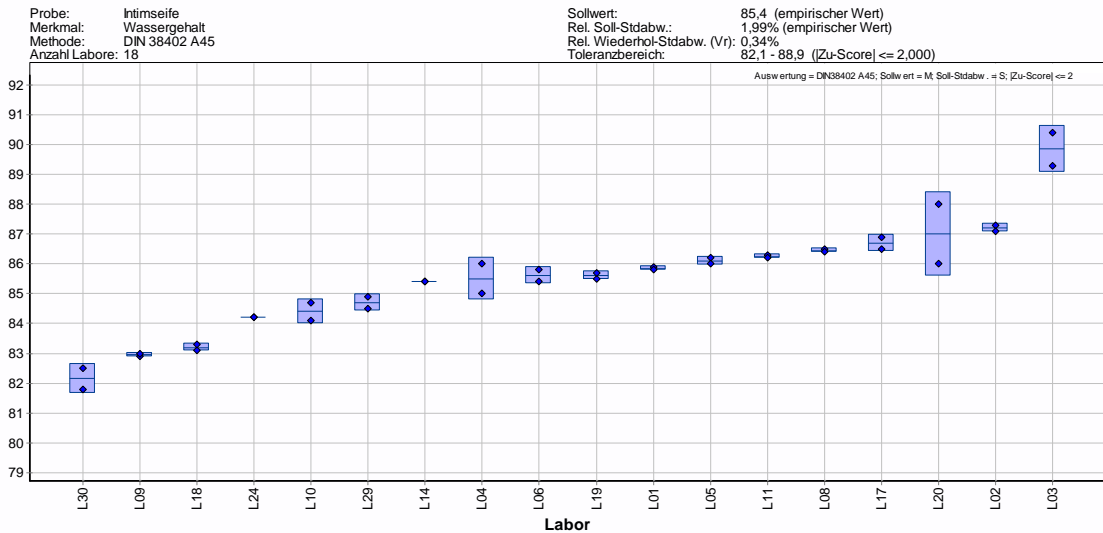


Abbildung 12: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

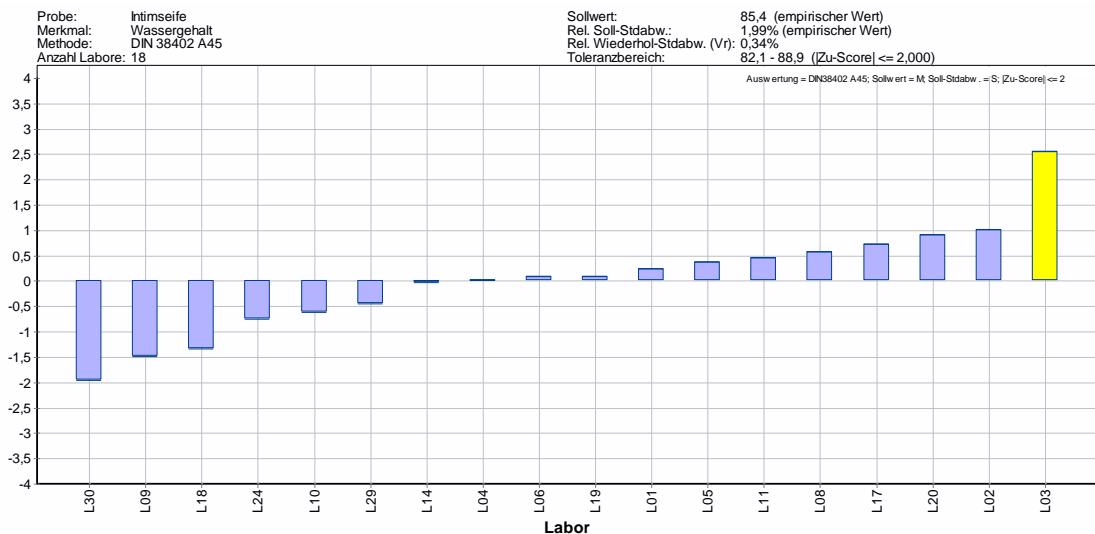


Abbildung 13: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter der Intimseife

pH-Wert

Errechneter Sollwert 4,58; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,18 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,25 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 24 Laboratorien teilgenommen, 20 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Der pH-Wert kann mit der erwarteten guten Genauigkeit bestimmt werden, die Fachgruppe empfiehlt Laboren, deren Werte außerhalb des Toleranzbereiches liegen, ihre Geräte bzw. die Kalibrierung zu überprüfen.

Dichte

Errechneter Sollwert 1,0329 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,04 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Mittels Biegeschwinger ist die Dichte mit hoher Genauigkeit bestimmbar, was sich in der niedrigen Vergleichsstandardabweichung zeigt. Die Ringversuchsauswertung nach DIN 38402 deklariert dementsprechend auch Ergebnisse mit kleiner absoluter Abweichung als falsch. Die bei einigen Laboren (L27, L30) beobachtete große Wiederholstandardabweichung deutet auf Probleme in der Durchführung und/oder Dokumentation der Versuche hin.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,3535; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,02 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 16 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Labor 05 hat hier mutmaßlich einen Übertragungsfehler bei der Angabe des Ergebnisses gemacht, der die enorme Abweichung erklären könnte. Labor 29 hat mutmaßlich die Werte der Proben „Intimseife“ und „Rohstoff“ verwechselt.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 13,4 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,50 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,97 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 18 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Aufgrund des Gehaltes der schwerflüchtigen Verbindungen Glycerin und Propandiol gilt diese Probe als schwer zu vermessen. Trotzdem liegen die Vergleichsstandardabweichungen in einem guten Bereich. Wenn das vorgegebene Glasfiberpad nicht verwendet wird, kann es zu Hautbildung der Probe kommen, die das Verdampfen von Wasser behindert und das Ergebnis verfälscht.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 85,4 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,99 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,34 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 18 Laboratorien teilgenommen, 17 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Die Vergleichsstandardabweichung von 2% wird im Vergleich mit vorherigen Ringversuchen als gut bewertet.



Intimseife, Ergebnisübersicht Rheologie

Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 1170 mPa s, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,55 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,33 %.

Tabelle 6: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)											1094				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (mPa s)		1223		1220			1129	1142	1155			1226			

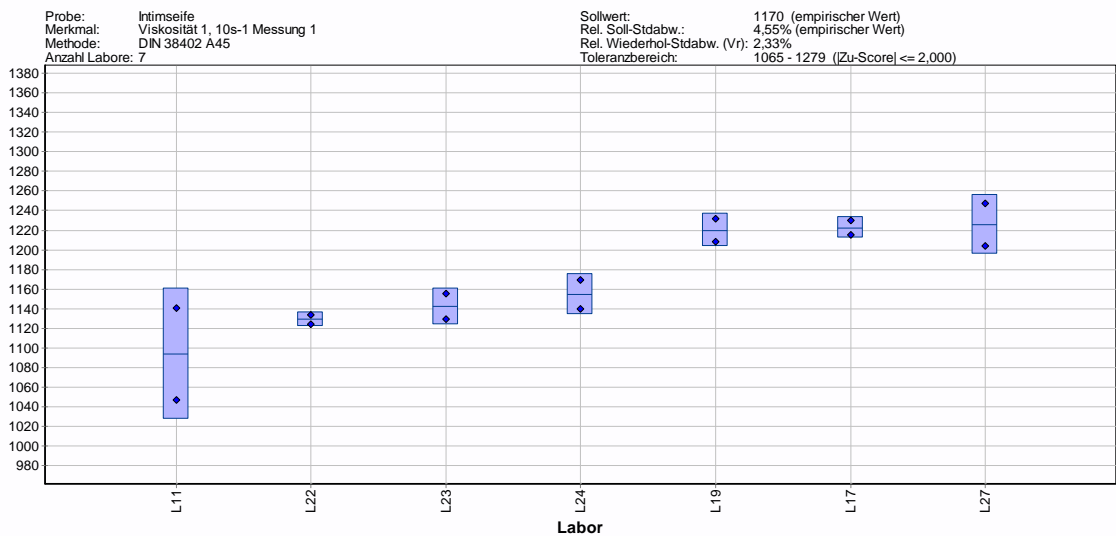


Abbildung 14: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

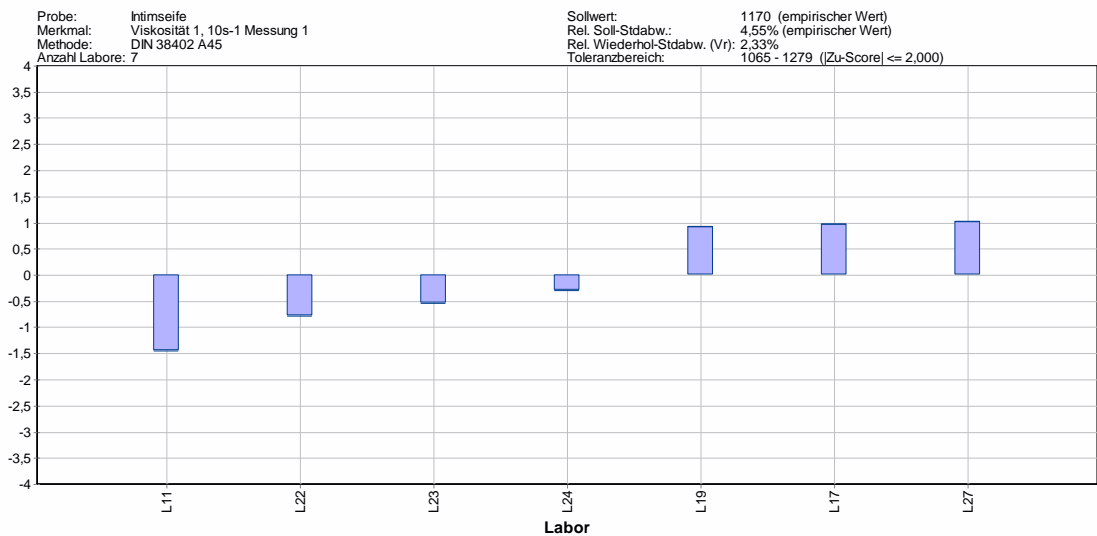


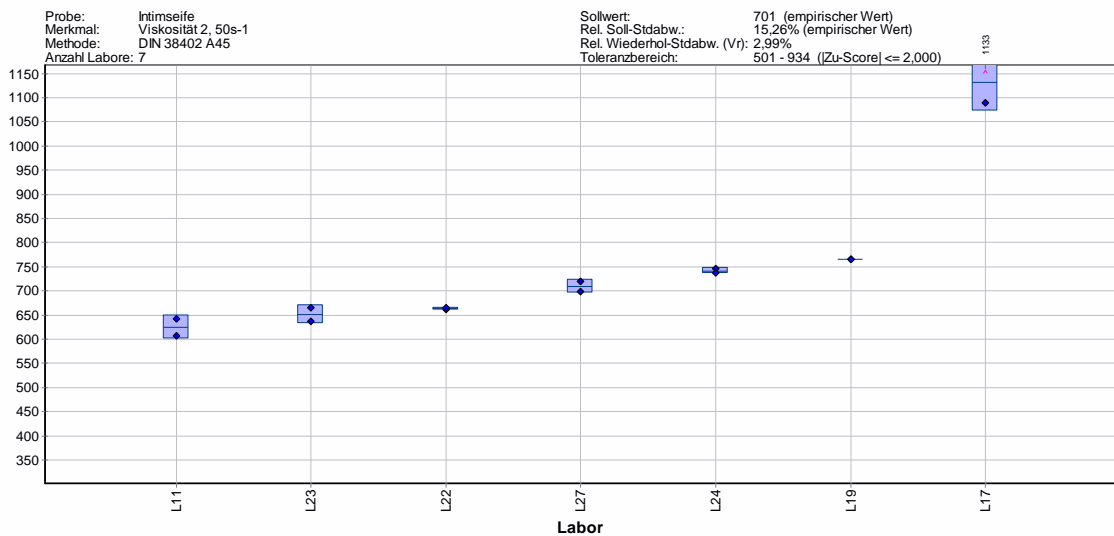
Abbildung 15: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s^{-1} nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 701 mPa s , die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt $15,26\%$, die rel. Wiederholstandardabweichung $2,99\%$.

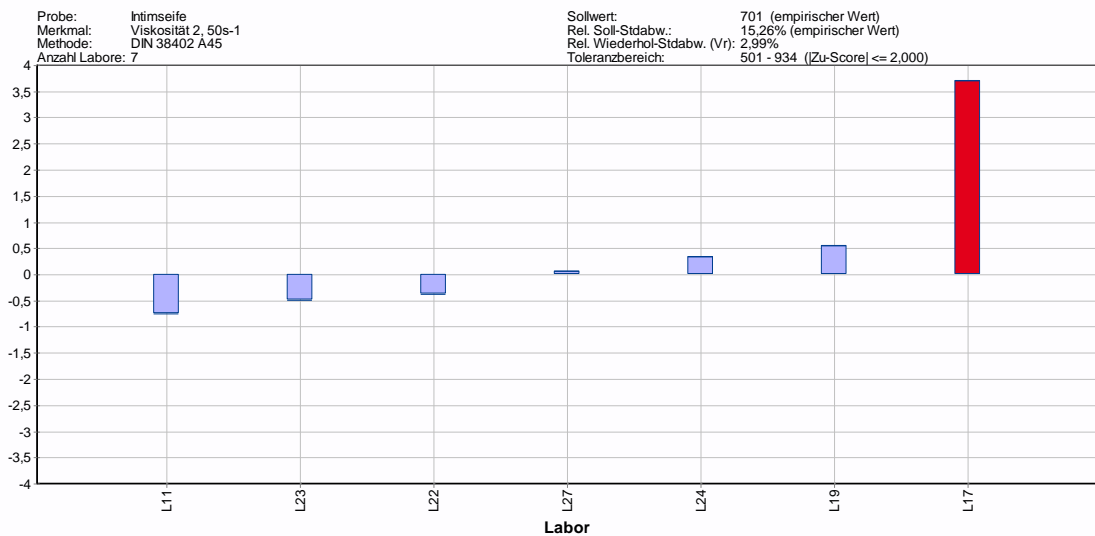
Tabelle 7: Messwerte Viskosität bei 50 s^{-1} nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)											626				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		1133		766			663	652	742			709			



PROLab

Abbildung 16: Viskosität (50 s^{-1}) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte



PROLab

Abbildung 17: Viskosität (50 s^{-1}) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 1167 mPa s, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5.75 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 3.64 %.

Tabelle 8: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)											1080				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		1215		1232			1129	1134	1151			1226			

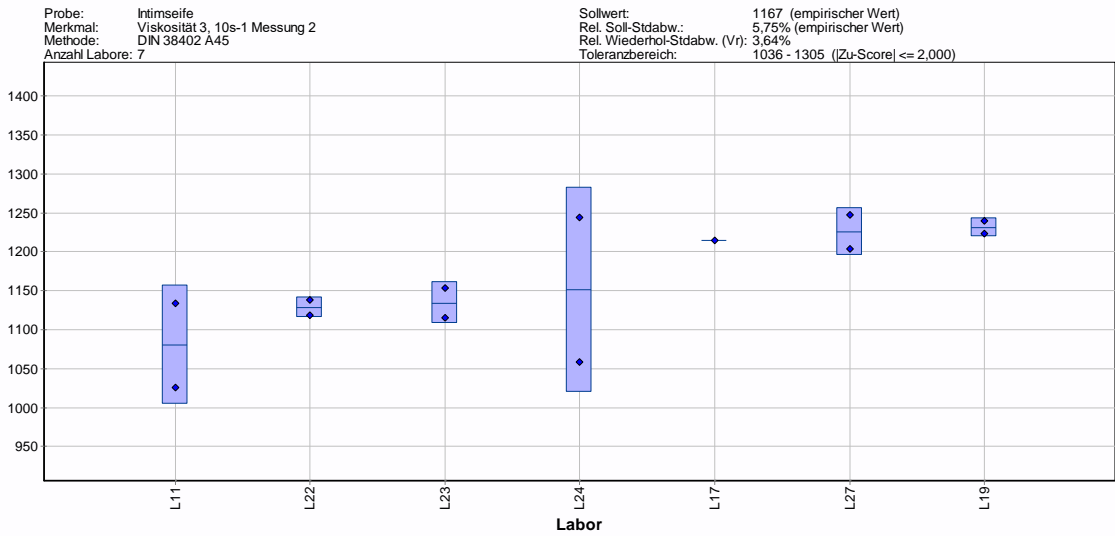


Abbildung 18: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

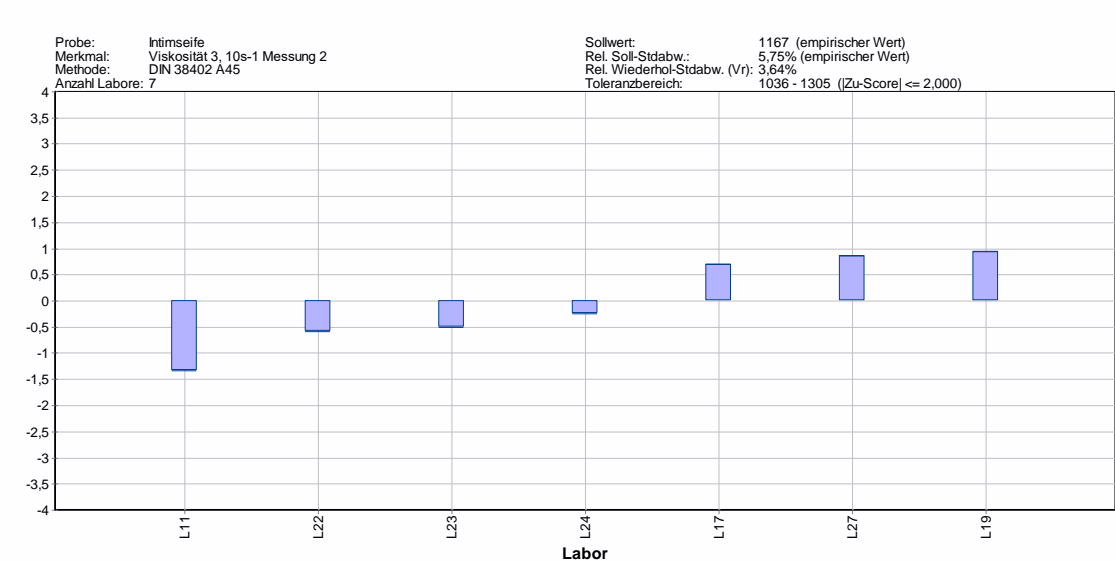


Abbildung 19: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität einer Intimseife bei 20°C in mPas. Die Messungen sollten nach DIN 53019 erfolgen. Zur DIN Messung war vorgegeben, dass Messungen im dynamischen Fließgleichgewicht (abzulesen nach 2 Minuten) bei Scherraten von 10s⁻¹, 50s⁻¹ und wieder 10s⁻¹ durchzuführen sind. Alle Messungen sollten bei 20°C durchgeführt werden.

In der folgenden Tabelle werden die Einzelwerte der Teilnehmer zur Rheologie der Intimseife aufgeführt.

Lab Nr.	Viskosität / mPa s					
	10 / s ⁻¹		50 / s ⁻¹		10 / s ⁻¹	
11	1047	1041	608	643	1026	1134
17	1215	1230	1090	1175	1215	xx
19	1208	1232	766	765	1223	1240
22	1124	1134	661	665	1119	1138
23	1129	1155	638	665	1115	1153
24	1169	1140	746	737	1244	1058
27	1247	1204	719	699	1247	1204
28	726	763	813	843	852	884

Es haben acht Ringversuchsteilnehmer Ergebnisse abgegeben, fünf Teilnehmer haben nach der DIN Vorgabe gemessen, drei Teilnehmer haben Geräte verwendet, mit denen üblicherweise Relativmessungen durchgeführt werden. Nur einer dieser drei Teilnehmer (L28) gibt die verwendete Meßgeometrie an, es handelt sich hier um ein nicht DIN konformes Relativmeßsystem (Spindel). Die Ergebnisse dieses Teilnehmers fließen dementsprechend nicht in die Auswertung des Parameters Rheologie ein. Die Labore L17 und L24 machen keine Angabe zur Meßgeometrie, da für die verwendeten Geräte DIN konforme Meßgeometrien erhältlich sind muß die Fachgruppe von einer korrekten Durchführung ausgehen, die abgegebenen Werte fließen in die Auswertung ein.

Relativ-Viskosimeter entsprechen nicht der Vorgabe, da keine definierte Schergeschwindigkeit eingestellt werden kann. Bezeichnend für dieses Messsystem ist, dass L17 in etwa im Bereich der DIN Ergebnisse liegt, L28 mit demselben Gerät aber nur ca. die Hälfte der Messwerte erreicht hat. Das entspricht den Beobachtungen der Fachgruppe zu Relativ-Messsystemen. Die Wiederhol-Standardabweichung der einzelnen Messwerte zeigen eine gute Reproduzierbarkeit, das Endergebnis liegt aber weit vom errechneten Sollwert weg. Auch das entspricht den Beobachtungen der Fachgruppe zu dieser Gruppe von Messgeräten: Die Wiederholungsmessungen an den einzelnen Geräten sind durchaus gut, die Endergebnisse der Geräte lassen sich aber nur schwer vergleichen.

Drei der fünf Teilnehmer liegen bei der Wiederholstandardabweichung der Messwerte im Bereich zwischen 0,4 bis 2 %, nur zwei Teilnehmer liegen +/- 9 % vom ermittelten Sollwert entfernt. Diese Ergebnisse der DIN Messungen entsprechen den Erwartungen hinsichtlich der Reproduzierbarkeit.

Es zeigt sich wie schon bei den vergangenen Ringversuchen, dass die Wiederholstandardabweichung deutlich niedriger liegt als die Vergleichsstandardabweichung.



Die Messungen wurden doppelt durchgeführt, so dass der Anwender direkt die Möglichkeit hatte, seine Messwerte zu überprüfen. Festzustellen ist, dass dabei Abweichungen von bis zu 4 % vorkamen. Solche Wiederholungsmessungen sollten eigentlich im Bereich von <1% liegen und die Teilnehmer sind hier gehalten die richtige Durchführung der Messung zu schulen und/oder die Messgeräte regelmäßig zu warten.



Intimseife, Ergebnisübersicht Glyceringehalt

Zur Bestimmung des Glyceringehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisan-gabe in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Glyceringehalt bestimmten 9 Labore, der errechnete Labormittelwert be-trägt 1,06 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 15,83 %, die rel. Wieder-holstandardabweichung 1,39 %.

Tabelle 9: Messwerte Glyceringehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,83		1,00		1,00			1,08						1,12	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)			3,85	1,08							1,14			1,27	

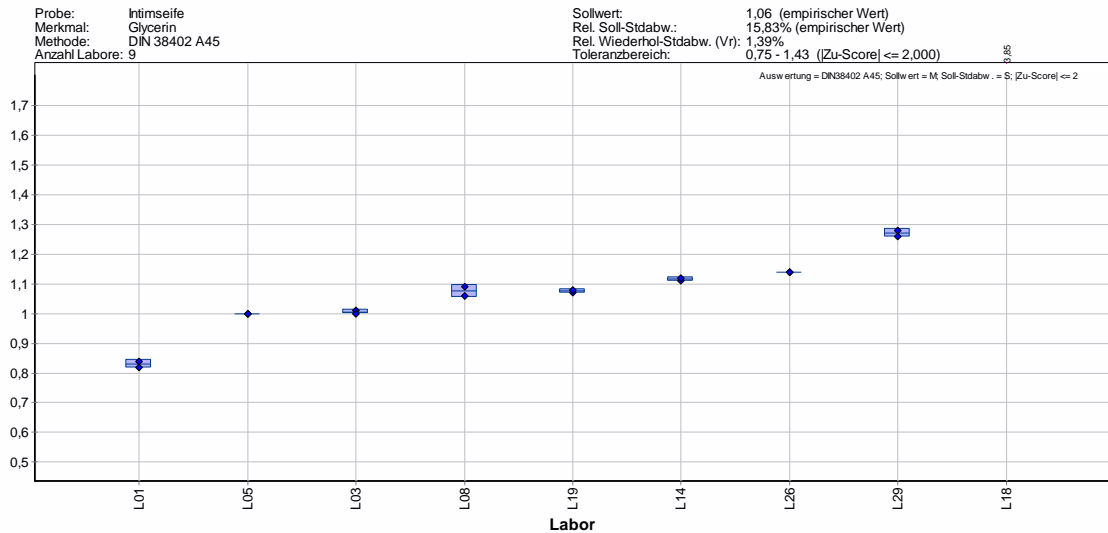


Abbildung 20: Glyceringehalt, graphische Darstellung der Messwerte

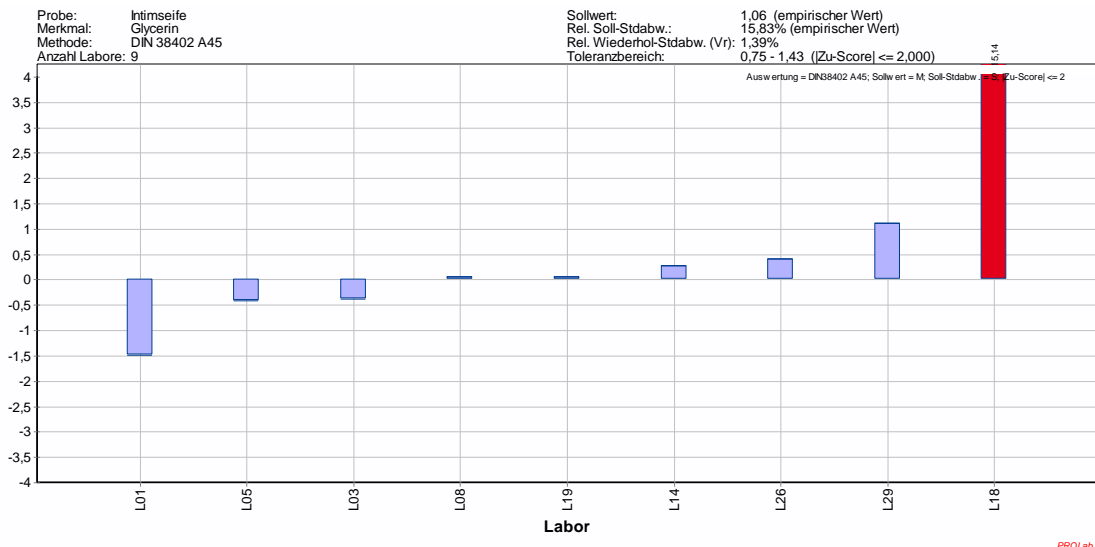


Abbildung 21: Glyceringehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Panthenol

Zur Bestimmung des Panthenolgehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisan-gabe in g/100g mit drei Nachkommastellen.

Den Parameter Panthenolgehalt bestimmten 10 Labore. Der errechnete Labormittelwert beträgt 0,080 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 18,07 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,52 %.

Tabelle 10: Messwerte Panthenolgehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,103	0,085	2,862		77,020			0,074	0,069					0,076	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)					0,076				0,082					0,074	

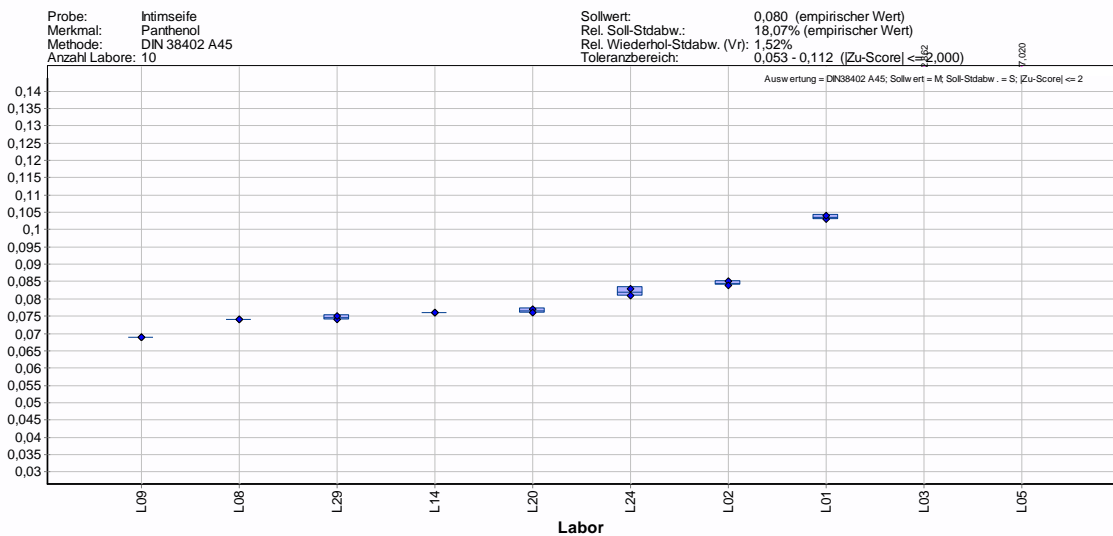


Abbildung 22: Panthenolgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

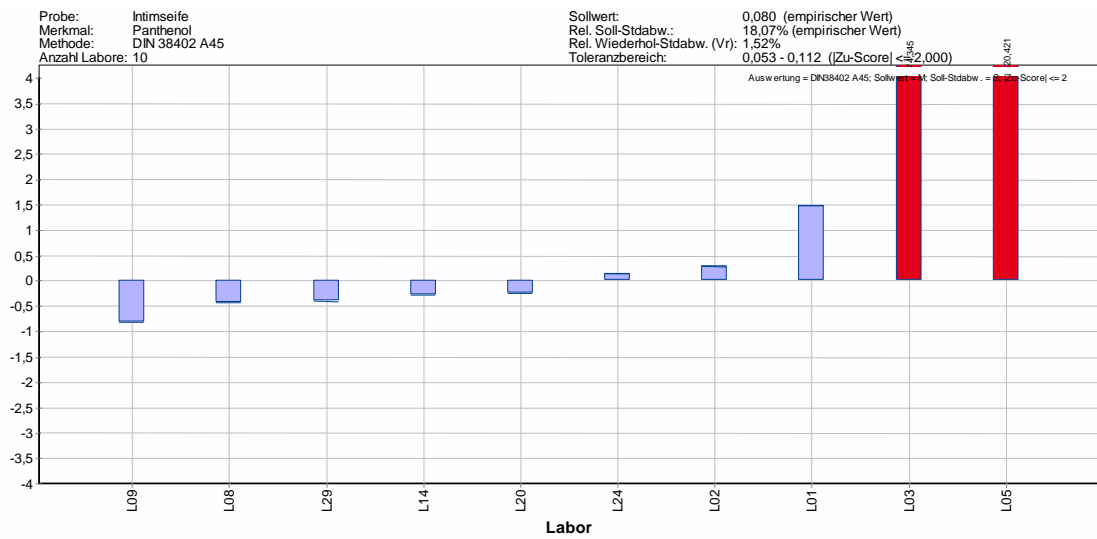


Abbildung 23: Panthenolgehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Zitronensäure

Zur Bestimmung des Zitronensäuregehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Angabe als freie Säure, Ergebnisangabe in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Zitronensäuregehalt bestimmten 10 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,57 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 6,49 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,13 %.

Tabelle 11: Messwerte Zitronensäuregehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)			0,57	0,55	0,57			0,55						0,57	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)			0,73	0,56	0,58				0,56					0,71	

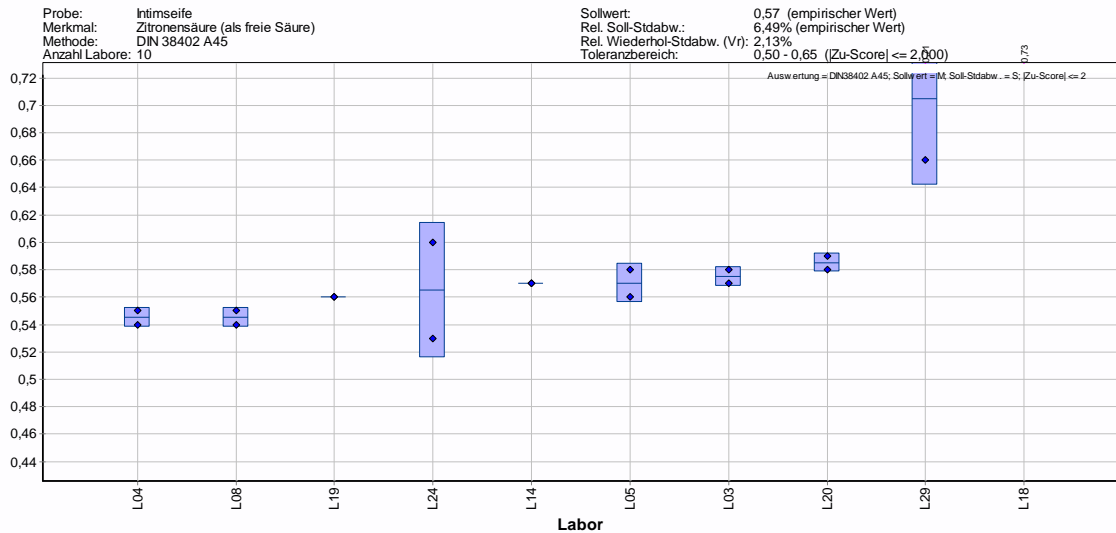


Abbildung 24: Zitronensäuregehalt, graphische Darstellung der Messwerte

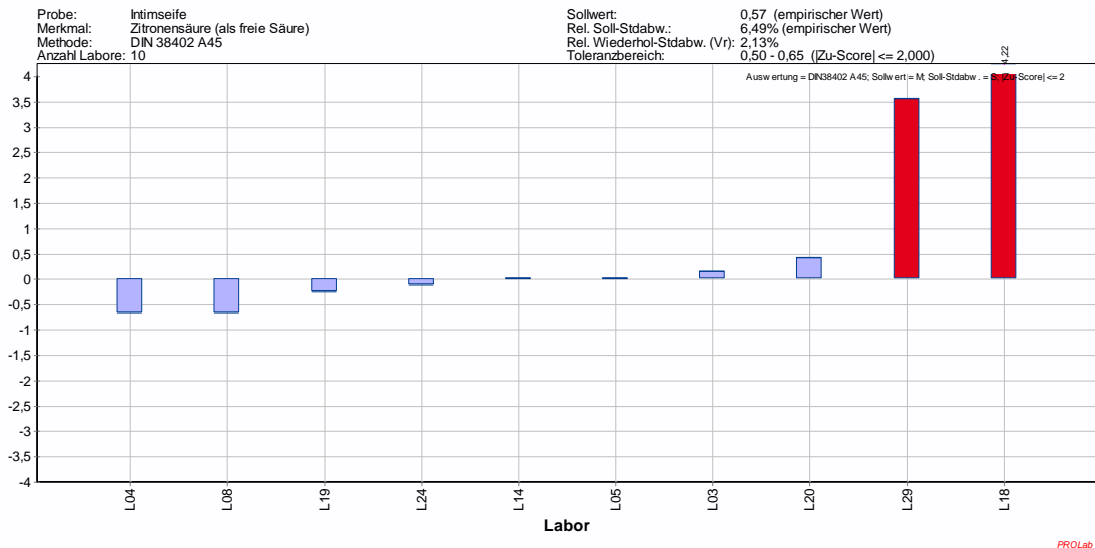


Abbildung 25: Zitronensäuregehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Chlorid

Zur Bestimmung des Chloridgehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Angabe als NaCl, Ergebnisangabe in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Chloridgehalt bestimmten 14 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,66 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,67 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,69 %.

Tabelle 12: Messwerte Chloridgehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	1,00	1,65	1,65	1,65	0,99			1,67	1,71					1,65	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)		1,65	1,62	1,63					1,65					1,67	1,80

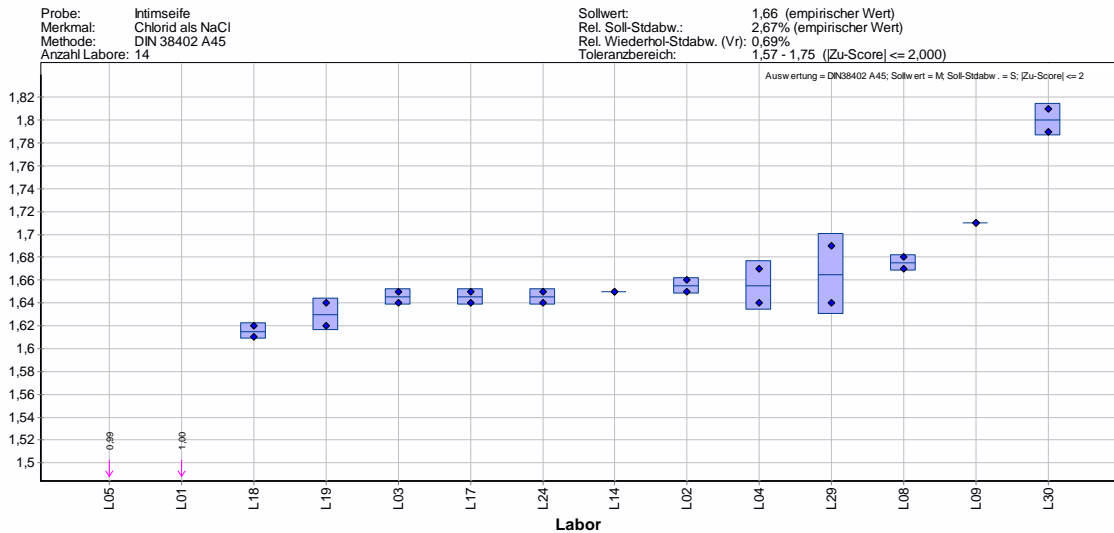


Abbildung 26: Chloridgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

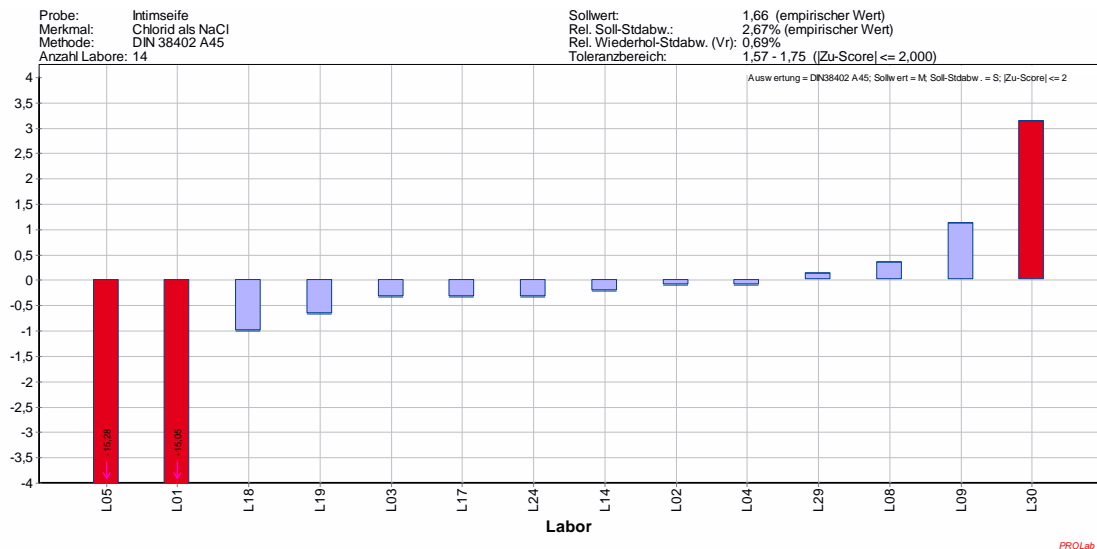


Abbildung 27: Chloridgehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

Intimseife, Ergebnisübersicht Salicylsäure

Zur Bestimmung des Salicylsäuregehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Angabe als freie Säure in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Salicylsäuregehalt bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,17 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5,55 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,45 %.

Tabelle 13: Messwerte Salicylsäuregehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,18	0,18		0,16	0,17			0,17			0,17			0,17	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)			0,17		0,18						0,16			0,17	

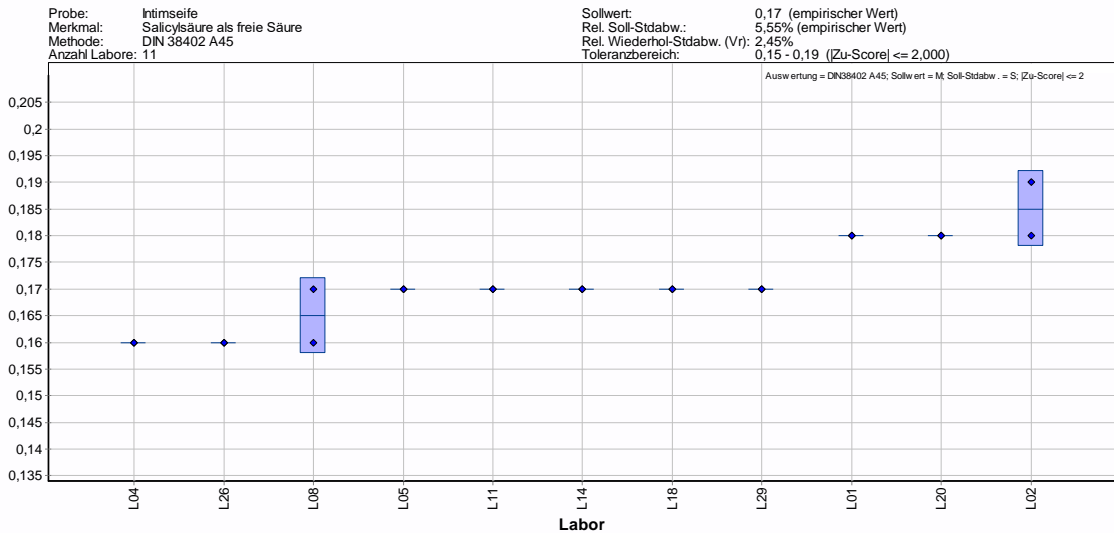


Abbildung 28: Salicylsäuregehalt, graphische Darstellung der Messwerte

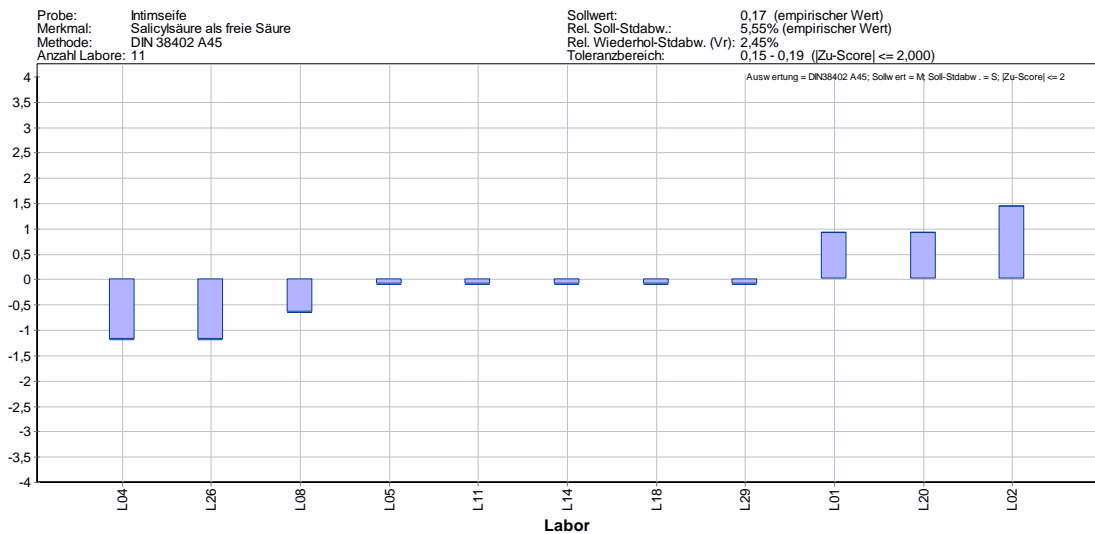


Abbildung 29: Salicylsäuregehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Intimseife, Ergebnisübersicht Benzooesäure

Zur Bestimmung des Benzooesäuregehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Angabe als freie Säure in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Benzooesäuregehalt bestimmten 14 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,17 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5,64 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,87 %.

Tabelle 14: Messwerte Benzooesäuregehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,17	0,17	0,18	0,17	0,17			0,18			0,17			0,17	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)			0,17	0,15	0,17				0,17		0,16			0,16	

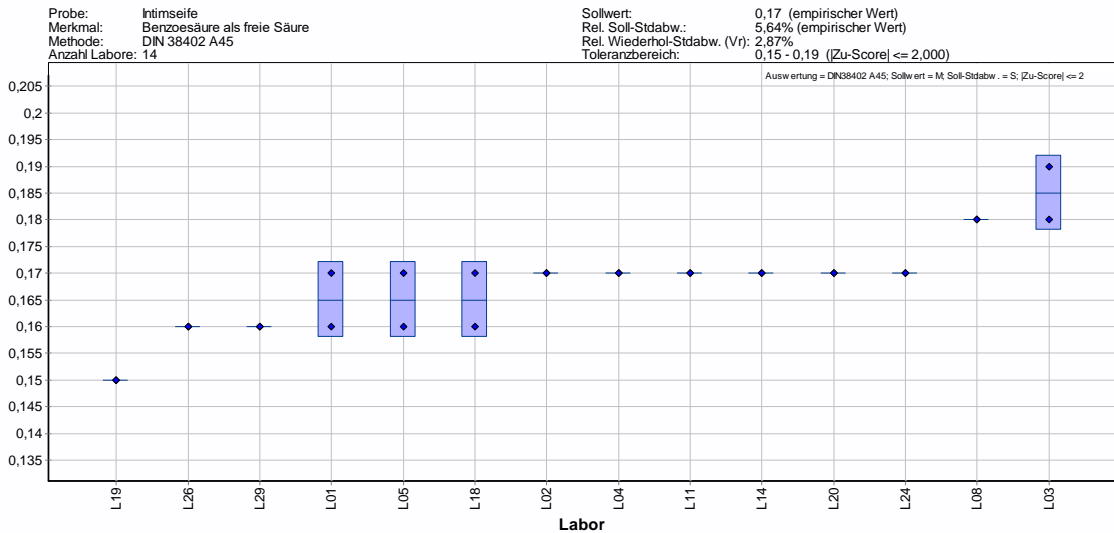


Abbildung 30: Benzooesäuregehalt, graphische Darstellung der Messwerte

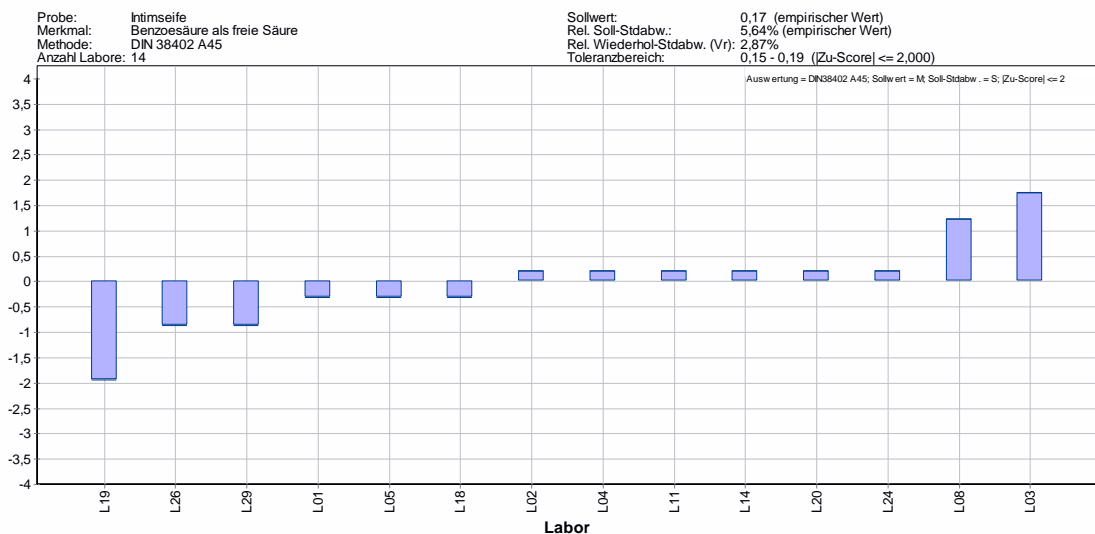


Abbildung 31: Benzooesäuregehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe der Intimseife

Glycerin

Errechneter Sollwert 1,06 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 15,83 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,39 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 9 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich.

Die Vergleichsstandardabweichung ist mit 16% als recht hoch anzusehen, möglicherweise mit verursacht durch den relativ geringen Glyceringehalt.

Panthenol

Errechneter Sollwert 0,080 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 18,07 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,52 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 10 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich.

Auch hier ist die Vergleichsstandardabweichung mit 18% als hoch anzusehen. Labor 05 hat hier möglicherweise eine Angabe in mg/100g statt der geforderten g/100g gemacht, was die extrem hohe Abweichung dieses Labors erklären könnte.

Zitronensäure

Errechneter Sollwert 0,57 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 6,49 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2,13 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 10 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich.

Die Vergleichsstandardabweichung liegt in einem für diesen Parameter guten Bereich, die Labore 18 und 29 haben hier möglicherweise entgegen der Vorgabe Zitrat als Natriumzitrat angegeben.

Chlorid

Errechneter Sollwert 1,66 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,67 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,69 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 14 Laboratorien teilgenommen, alle 11 waren erfolgreich.

Auch beim Chlorid haben 2 Labore (01 und 05) mutmaßlich Werte in einer falschen Einheit (Chlorid anstatt wie gefordert NaCl) angegeben.

Salicylsäure

Errechneter Sollwert 0,17 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 5,55 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2,45 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien haben teilgenommen, alle 11 waren erfolgreich.

Den Parameter Salicylsäure konnten die teilnehmenden Labore ohne Probleme bestimmen.

Benzoessäure

Errechneter Sollwert 0,17 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 5,64 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,87 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 14 Laboratorien haben teilgenommen, alle 14 waren erfolgreich.

Auch den Parameter Benzoessäure konnten die teilnehmenden Labore ohne Probleme bestimmen.



DOSS, Ergebnisübersicht pH-Wert

Zur Bestimmung des pH-Wertes wurden folgende Vorgaben gemacht: 1 Gew-% in VE-Wasser, 20°C; Ergebnisangabe mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter pH-Wert bestimmten 23 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,87; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 8,71 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,73 %.

Tabelle 15: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	5.4	6.87	5.78	5.25	5.28	6.45	5.36	6.08	5.6	5.58	6.39			7.05	5.85
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
pH-Wert		5.55	5.43	5.50	5.96				6.18	6.30		5.88	6.08	5.82	5.96

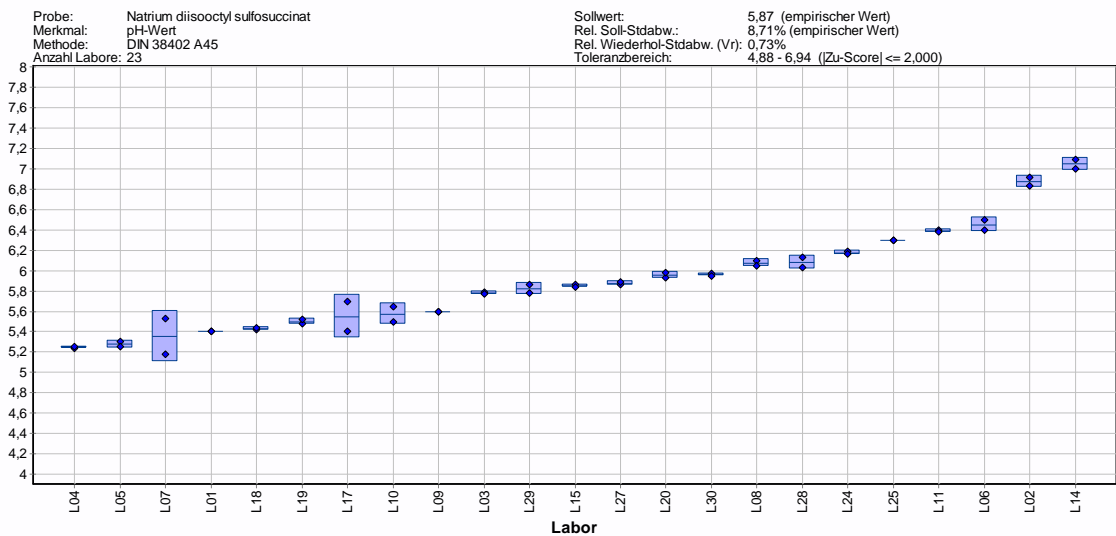


Abbildung 32: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

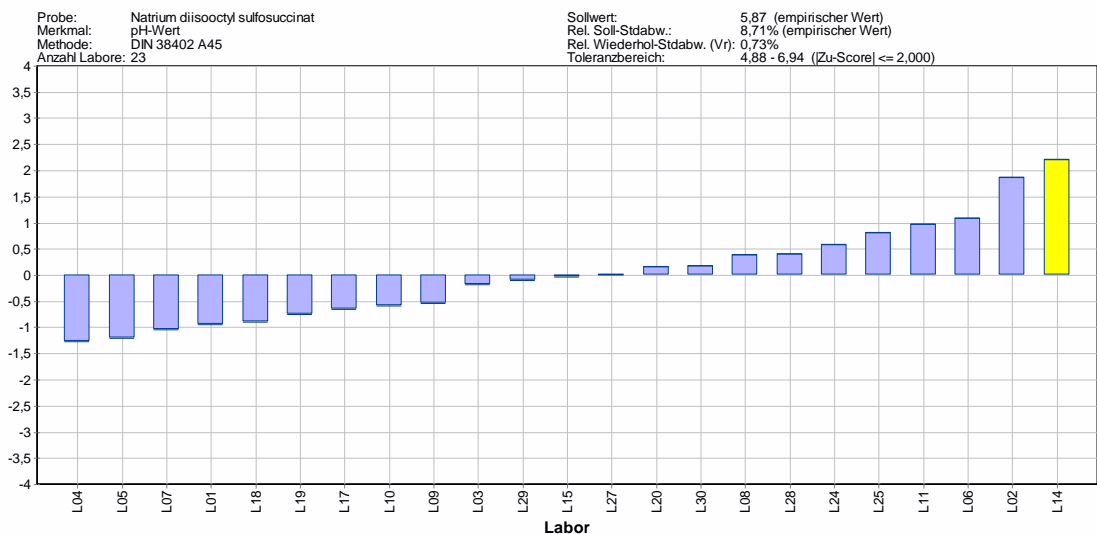


Abbildung 33: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

DOSS, Ergebnisübersicht Dichte

Zur Bestimmung der Dichte wurden folgende Vorgaben gemacht: 20°C; Ergebnisangabe in [g/mL] mit vier Nachkommastellen.

Den Parameter Dichte bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,0859 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,07 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 16: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	
Messwert (g/mL)	1,0861	1,0856	1,0854		1,0867	1,0850	1,0867	1,0860	1,0851	1,0861					1,0867	1,0848
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	
Messwert (g/mL)		1,0858	1,0862	1,0865						1,0850	1,0860		1,0860	1,0852	1,0860	1,0875

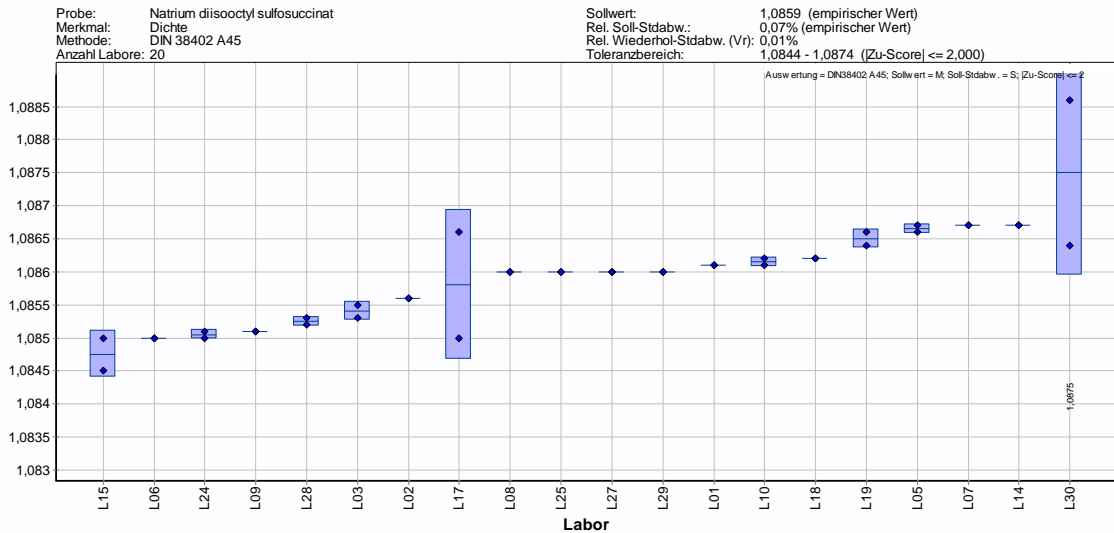


Abbildung 34: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

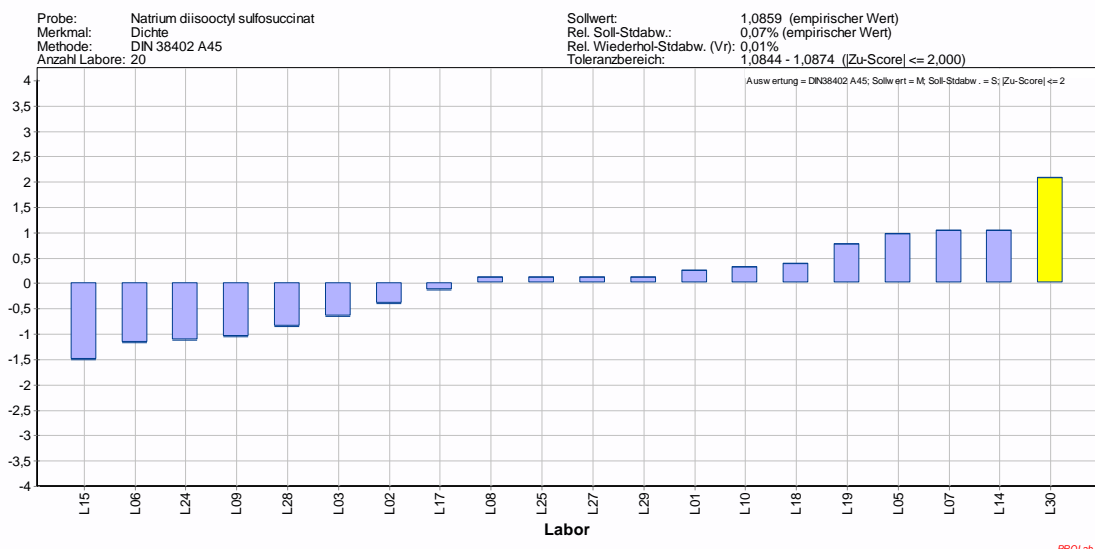


Abbildung 35: Dichte, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



DOSS, Ergebnisübersicht Brechungsindex

Zur Bestimmung des Brechungsindex wurden folgende Vorgaben gemacht: 20°C; nD mit vier Nachkommastellen.

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,4347, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,04 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 17: Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert		1,4316	1,4351		1,4348	1,4346	1,4352	1,4340	1,4352	1,4346	1,4349			1,4348	1,4350
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert		1,4347	1,4347	1,4348					1,4343	1,4330		1,4352	1,4345	1,3535	1,4309

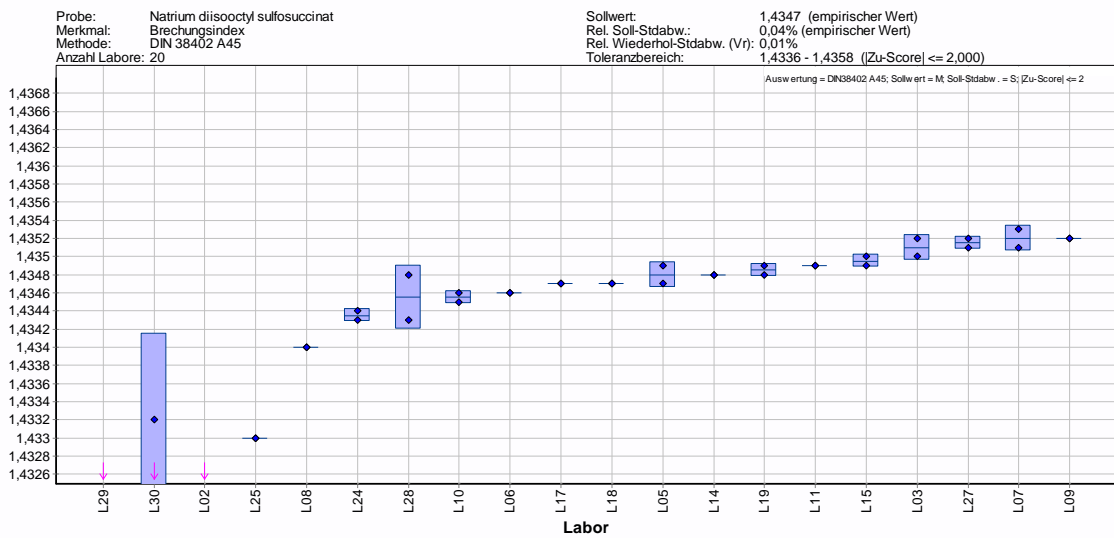


Abbildung 36: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

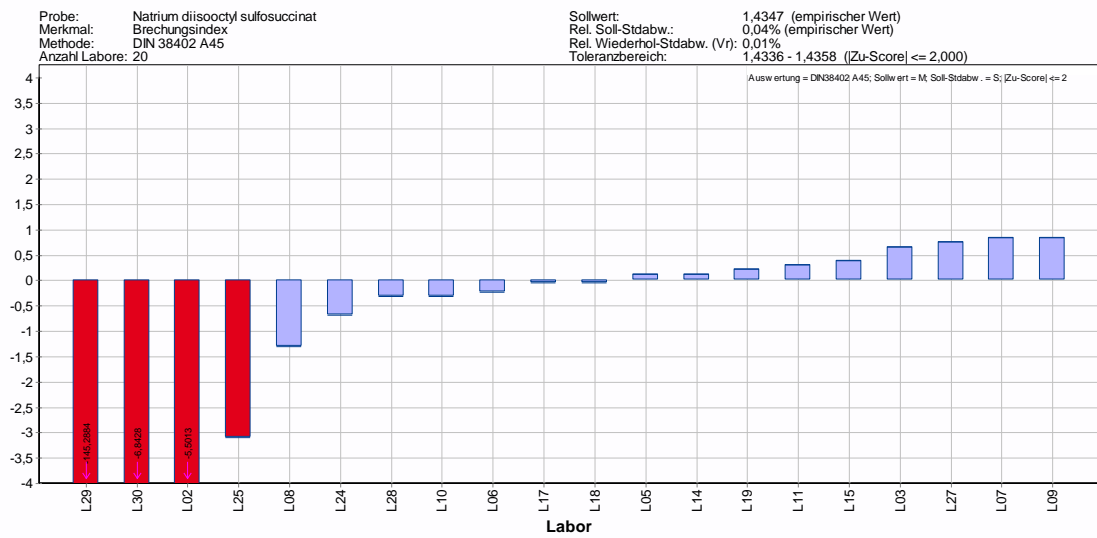


Abbildung 37: Brechungsindex, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer.

DOSS, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

Zur Bestimmung des Trockenrückstandes wurden folgende Vorgaben gemacht: Infrarot Trockner, 105°C, Einwaage 1,5g, Gewichtskonstanz; Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 75,5 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,84 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,50 %.

Tabelle 18: Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)		76,0	74,8	74,4	79,3	74,5	81,5	74,8	74,3	75,7	74,8			75,2	74,4
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)		75,3	34,0	76,7					77,5	85,4			77,4	74,8	74,7

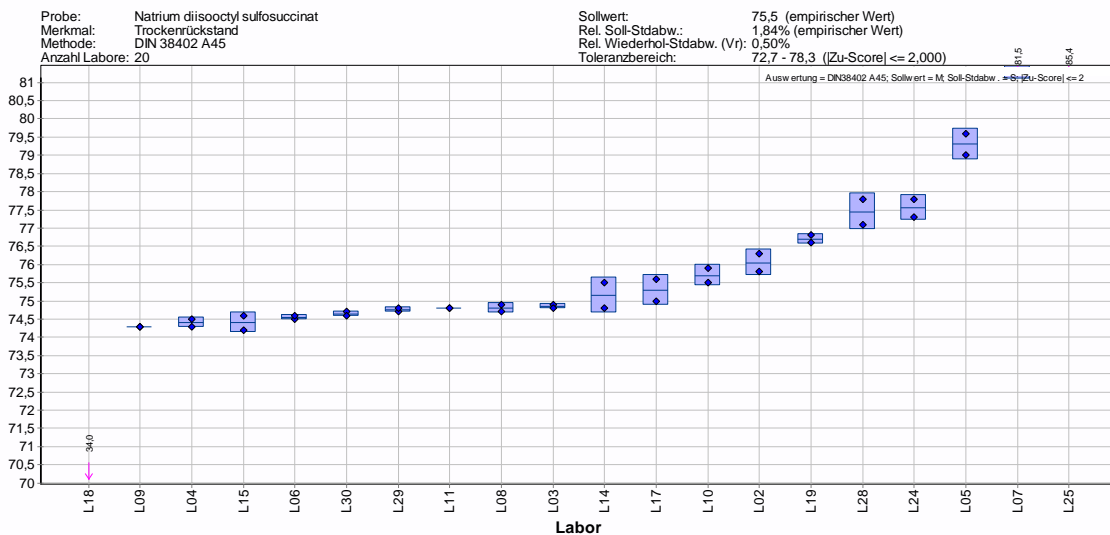


Abbildung 38: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

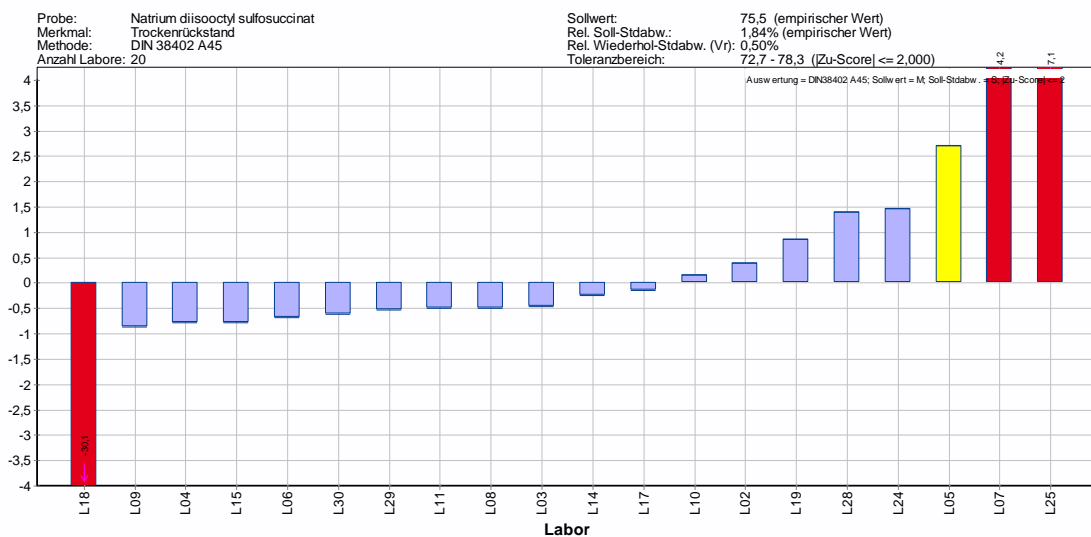


Abbildung 39: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



DOSS, Ergebnisübersicht Wassergehalt

Zur Bestimmung des Wassergehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Karl-Fischer; Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 19 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 19,6 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,53 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,88 %.

Tabelle 19: Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	20,5	19,3	19,8	19,6	20,1	19,4	20,0	19,8	18,5	19,6	19,7			19,7	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)		19,8	19,5	19,4	22,9				19,1					19,2	19,6

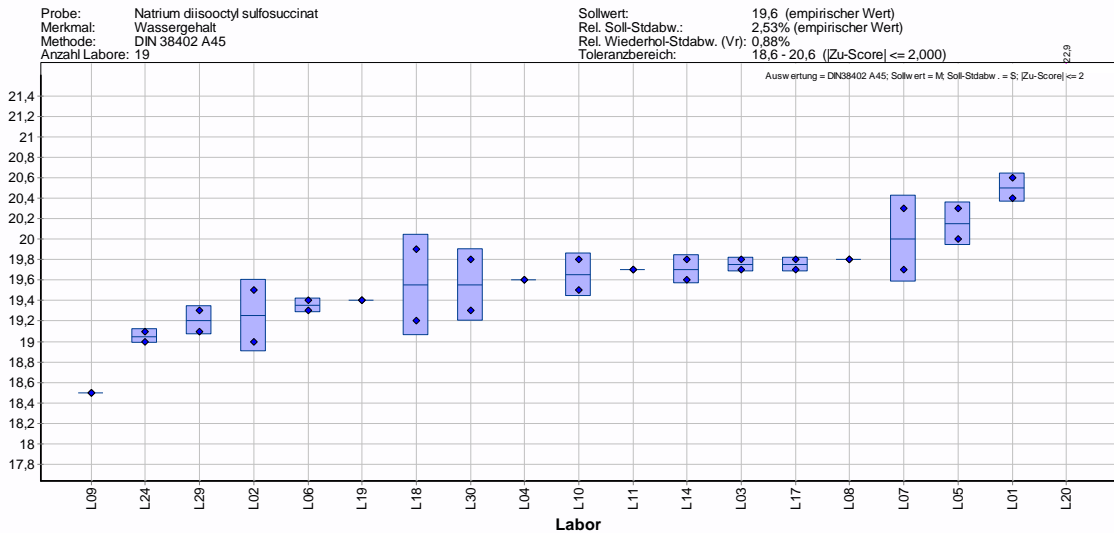


Abbildung 40: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

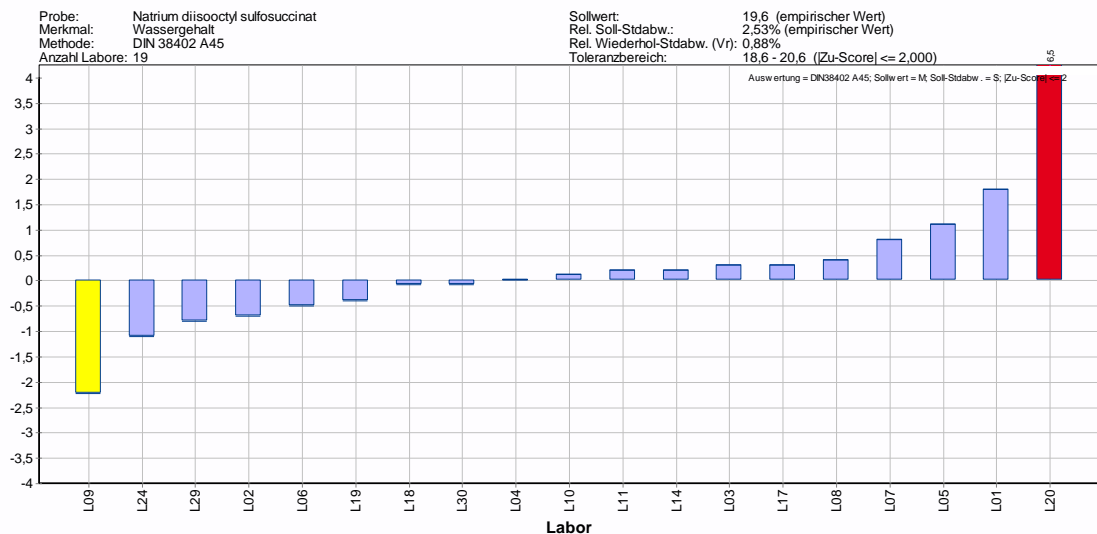


Abbildung 41: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



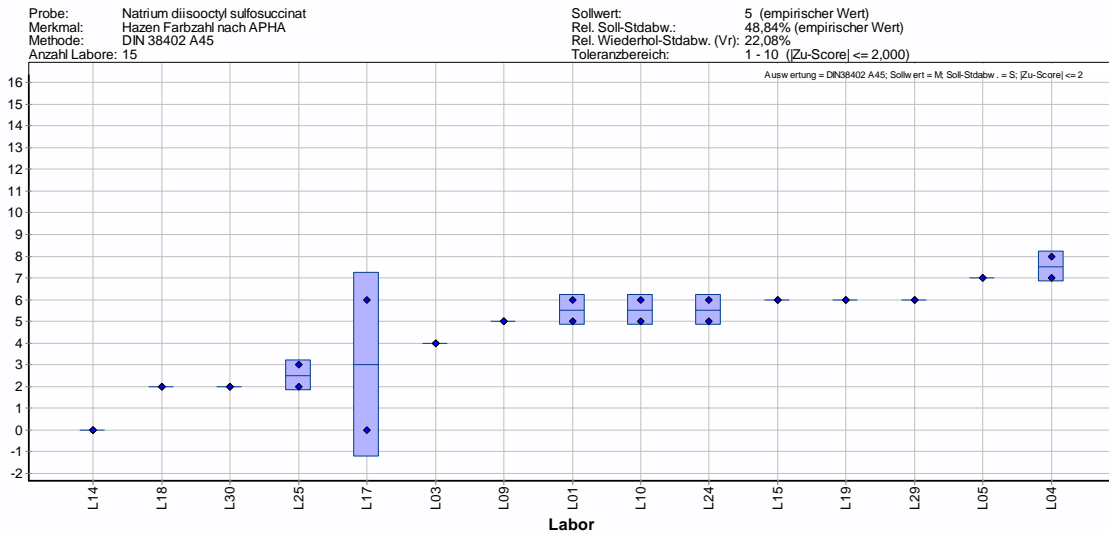
DOSS, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)

Zur Bestimmung des Hazen Farbzahl wurden folgende Vorgaben gemacht: nach APHA, Ergebnisangabe in [mgPt/L] ohne Nachkommastellen.

Den Parameter Hazen Farbzahl bestimmten 15 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5 mgPt/L, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 48,84 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 22,08 %.

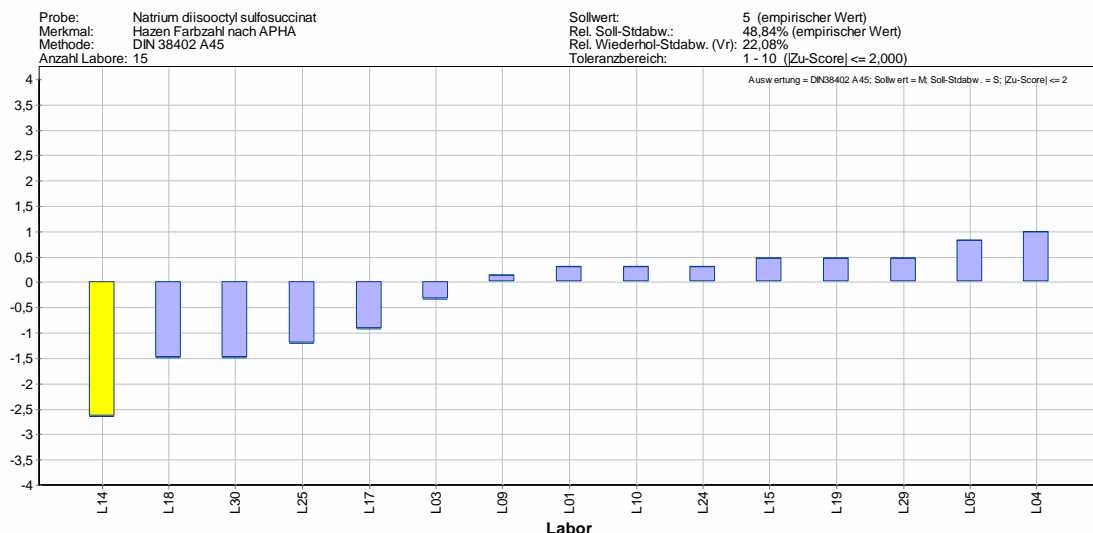
Tabelle 20: Messwerte Hazen Farbzahl (APHA)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mgPt/L)	6		4	8	7				5	6				0	6
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (mgPt/L)		3	2	6					6	3				6	2



PROLab

Abbildung 42: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Messwerte



PROLab

Abbildung 43: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



DOSS, Ergebnisübersicht Rheologie

Für die Viskosität bei 10 s^{-1} nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 325 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 13,78 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,61 %.

Tabelle 21: Messwerte Viskosität bei 10 s^{-1} nach DIN 53019 (1. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)											330				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Viskosität (mPas)		364		305			325	304	858						

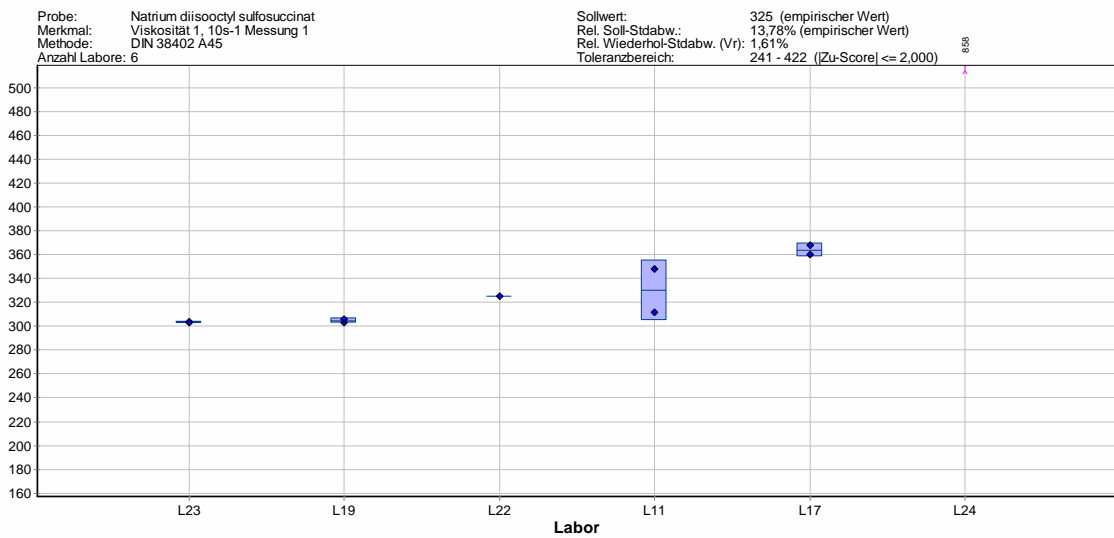


Abbildung 44: Viskosität (10 s^{-1} , erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

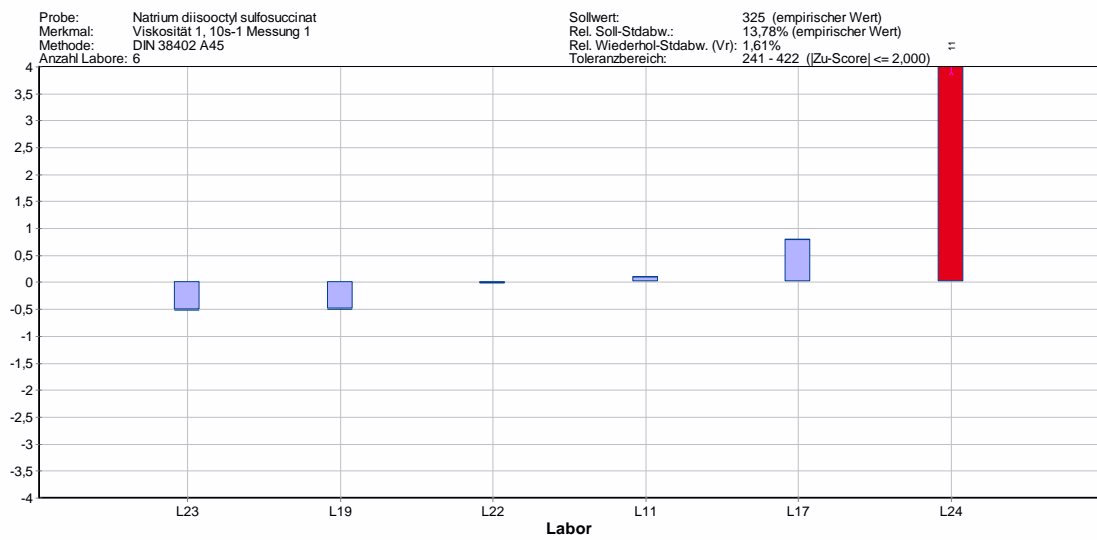


Abbildung 45: Viskosität (10 s^{-1} , erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 315 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9,32 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,16 %.

Tabelle 22: Messwerte Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)											306				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Viskosität (mPas)		367		297			310	306	456						

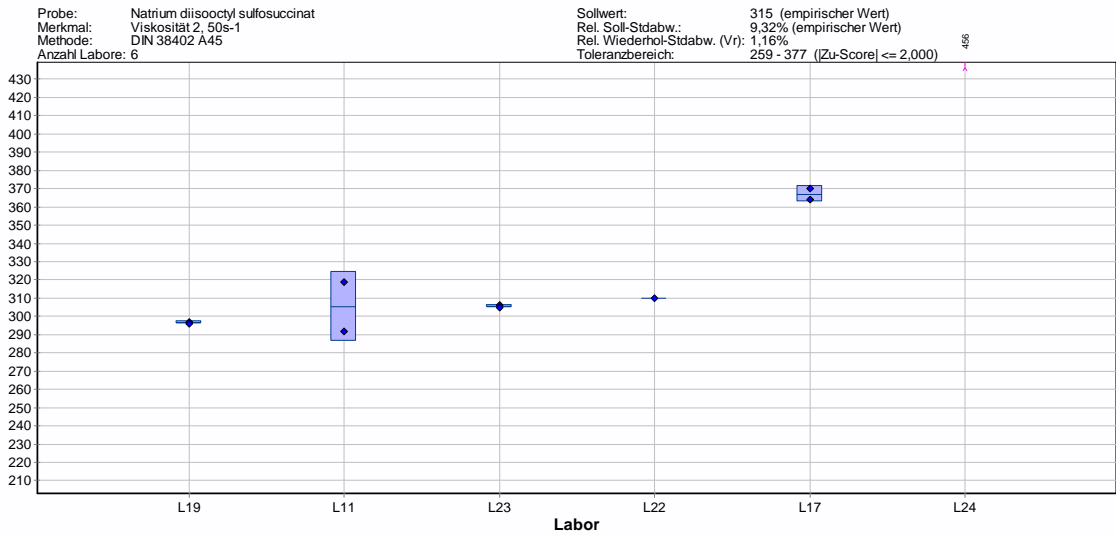


Abbildung 46: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

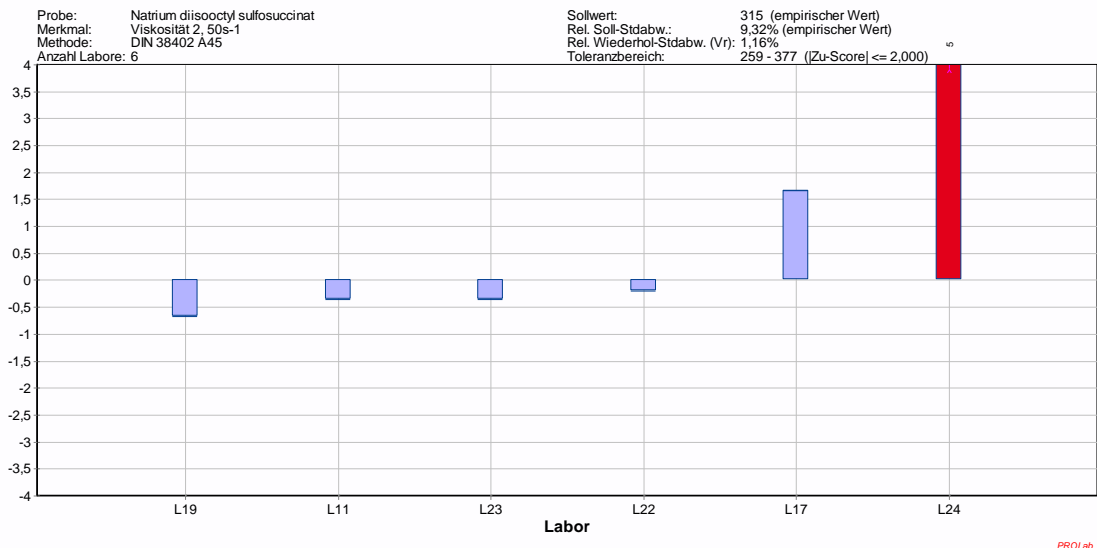


Abbildung 47: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 312 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9,95 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 6,04 %.

Tabelle 23: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)											306				
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Viskosität (mPas)				308			331	304	1176						

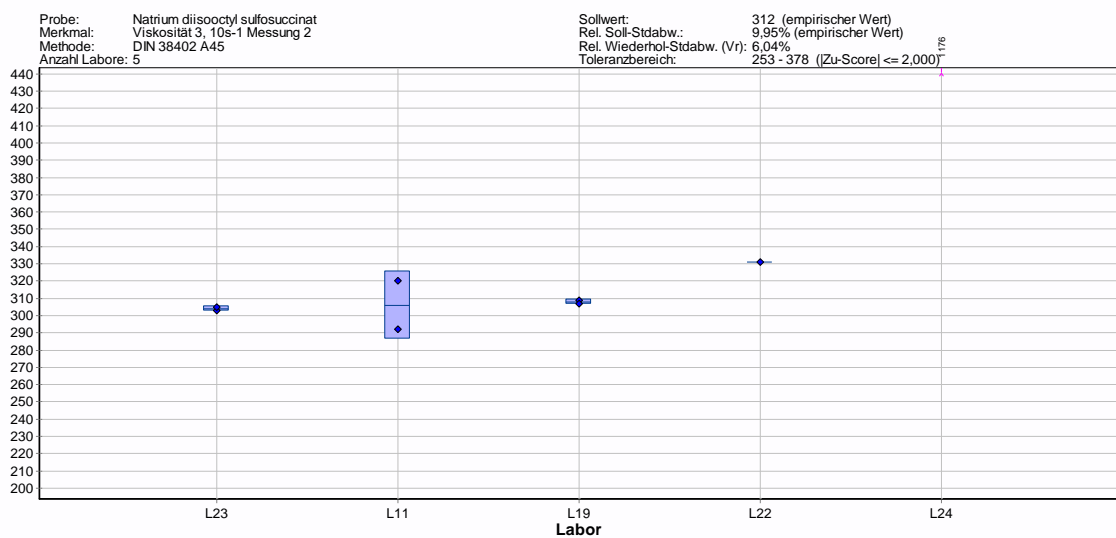


Abbildung 48: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

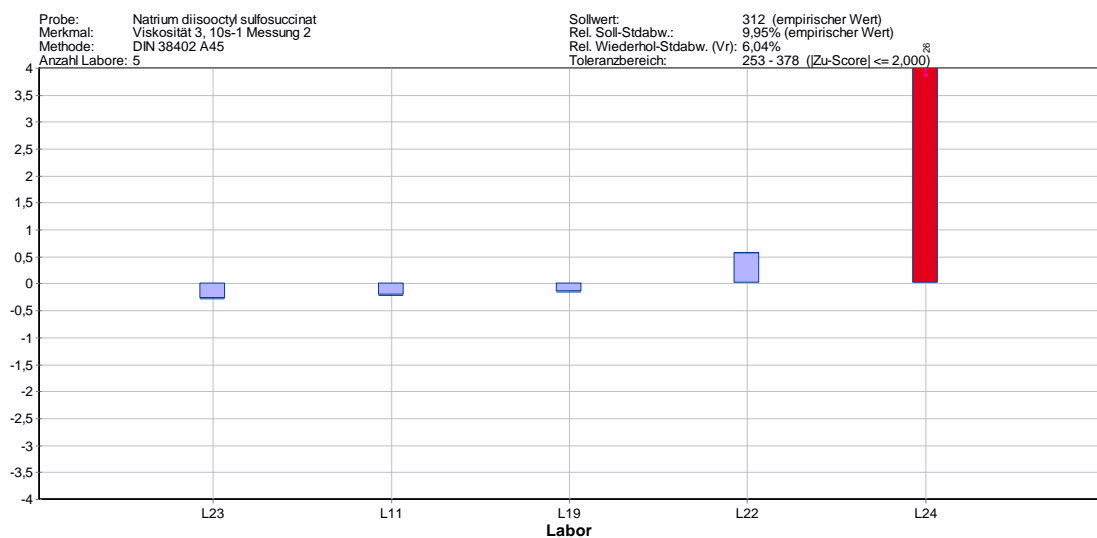


Abbildung 49: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Für die Messung der Rheologie des Rohstoffs gilt grundsätzlich das gleiche wie o.a. bei der Messung des Fertigprodukts. Im Einzelnen:

Sieben Teilnehmer haben Ergebnisse abgegeben. Teilnehmer 27 hat angegeben, dass er die Probe nicht vermessen konnte, da sie zu hochviskos für sein Gerät war, obwohl sie dünner war als das Fertigprodukt. Möglicherweise ist bei der Probenvorbereitung in L27 Ethanol aus der Probe verdampft, was zu einer Viskositätserhöhung führen würde.

Bezüglich der Verwendung von Relativmeßsystemen gilt das beim Fertigprodukt gesagte. Die Ergebnisse von L28 fließen auch beim Rohstoff nicht in die Auswertung ein, da hier klare Angaben zur Meßgeometrie gemacht wurden, welches nicht DIN konform ist. Teilnehmer L22 führte keine Doppelbestimmung durch.

Insgesamt standen somit zur Auswertung die Messwerte von sechs Teilnehmern zur Verfügung.

Lab Nr.	Viskosität / mPa s					
	10 / s ⁻¹		50 / s ⁻¹		10 / s ⁻¹	
11	312	348	292	319	292	320
17	368	360	370	364	xx	xx
19	303	306	297	297	309	307
22	325	xx	310	xx	331	xx
23	304	303	306	305	303	305
24	855	860	455	456	1163	1189
27	zu hochviskos					
28	253	275	250	281	266	287

Bei den durchgeführten Messungen zeigte sich eine gute Reproduzierbarkeit der Messergebnisse. Auffallend ist, das L24 eine starke Erhöhung der Viskosität bei der 2. Messung bei 10 s⁻¹ festgestellt hat. Das Labor erstellte Messwerte bei 10 s⁻¹ (855 mPas) und 50 s⁻¹ (455 mPas) und in der abnehmenden Fließkurve dann bei 10 s⁻¹ (1163 mPas). Ein derartiger Anstieg von 36 % sollten in einem Labor dazu führen, die Messergebnisse und die Handhabung zu hinterfragen. Sie sind bei einem solchen Produkt nicht üblich. Weiterhin liegen bei diesem Labor die Messwerte deutlich über denen der anderen Labore.



DOSS, Ergebnisübersicht waschaktive Substanz

Zur Bestimmung des Gehaltes an waschaktiver Substanz (WAS) wurden folgende Vorgaben gemacht: $MG=382g/mol$, Ergebnisangabe in $g/100g$ mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter WAS bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt $73,8 g/100g$, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt $1,44 \%$, die rel. Wiederholstandardabweichung $0,52 \%$.

Tabelle 24: Messwerte WAS

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)			74,5	74,0	73,6	74,3		72,2	74,8					74,3	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)		74,1	60,5	74,2					65,9		73,8			72,2	

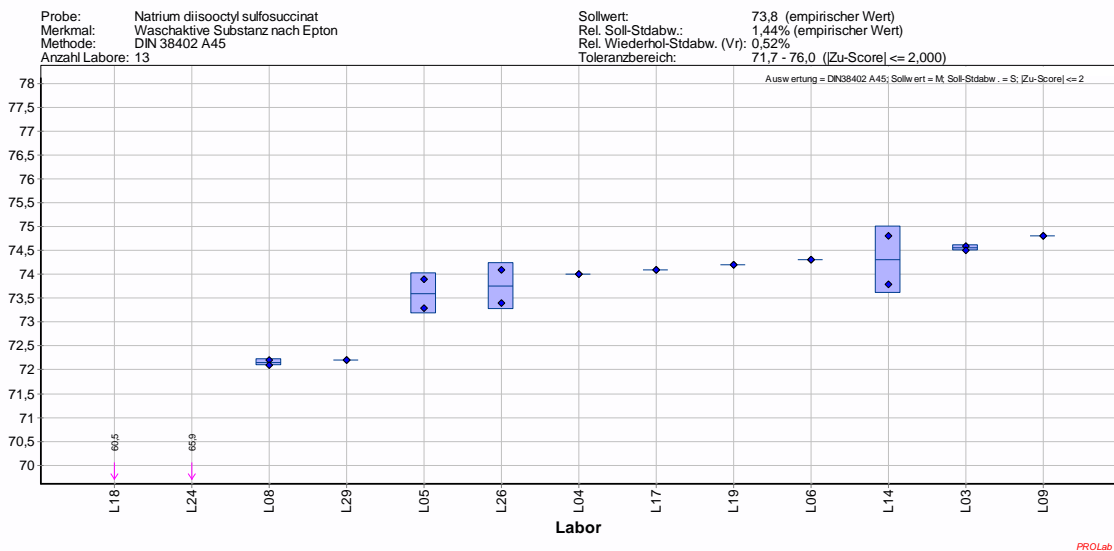


Abbildung 50: WAS, graphische Darstellung der Messwerte

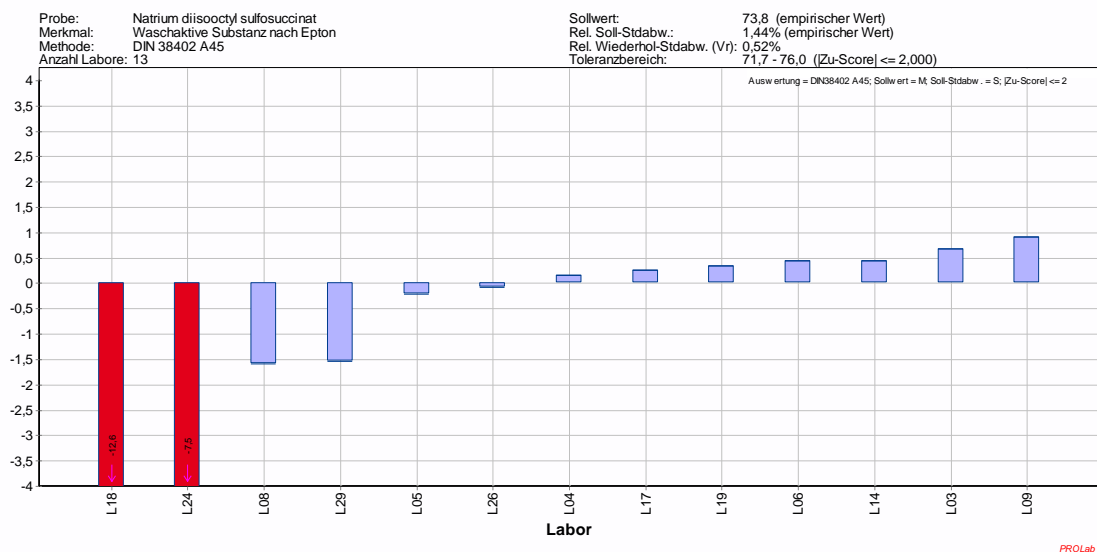


Abbildung 51: WAS, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



DOSS, Ergebnisübersicht Ethanol

Zur Bestimmung des Ethanolgehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in mg/kg mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Ethanolgehalt bestimmten 12 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,62 mg/kg, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 10,66 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,61 %.

Tabelle 25: Messwerte Ethanolgehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mg/kg)	5,20	6,57	5,49		5,71			5,16	5,36					5,75	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (mg/kg)			6,88		4,50				5,84		5,47			5,76	

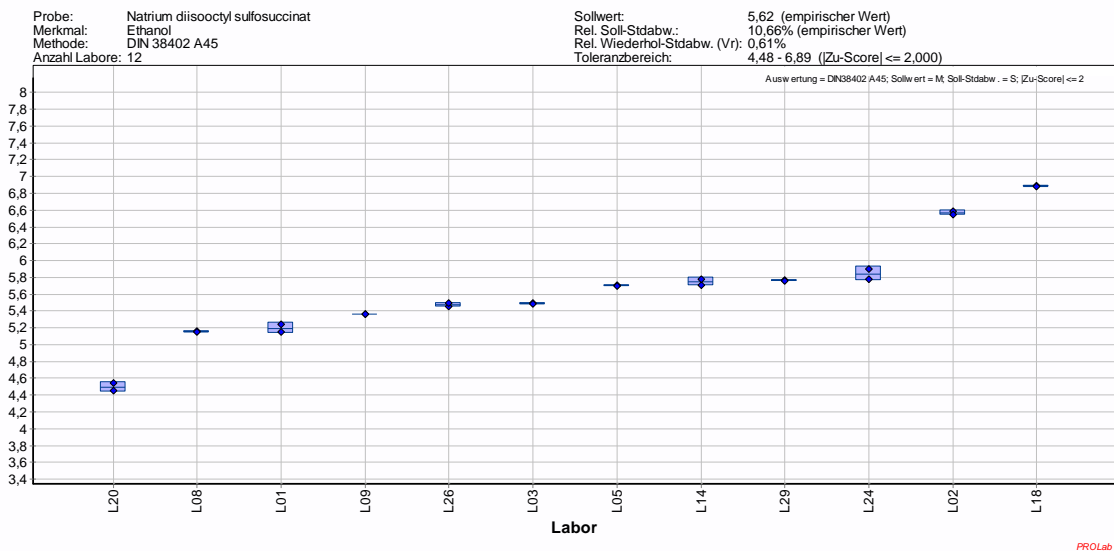


Abbildung 52: Ethanolgehalt, Graphische Darstellung der Messwerte

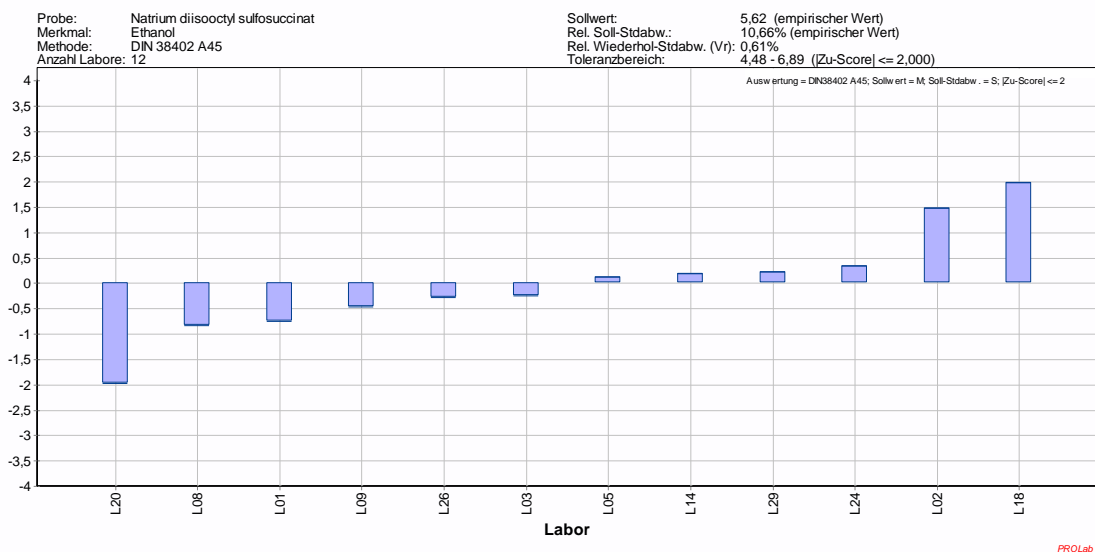


Abbildung 53: Ethanolgehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur DOSS-Analytik.

pH

Errechneter Sollwert 5,87; rel. Vergleichsstandardabweichung 8,71 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,73 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 23 Laboratorien teilgenommen, 22 waren erfolgreich

Die Vergleichsstandardabweichung von fast 9% ist für diesen Parameter ungewöhnlich hoch. Über die Gründe kann hier nur spekuliert werden, so kann z.B. der pH Wert des zur Verdünnung verwendeten VE-Wassers einen Einfluss haben.

Dichte

Errechneter Sollwert 1,0859 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,07 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Die Labore 30 und 17 haben hier sehr hohe Wiederholstandardabweichungen, wie sie ein Biegeschwinger nicht zeigen sollte, dies sollte Anlass zu einer Überprüfung sein. Die im Vergleich zu den anderen Laboren ebenfalls hohe Wiederholstandardabweichung von Labor 15 ist auf die Verwendung eines Pyknometers zurückzuführen

Prinzipiell gelten die bei der Intimseife gemachten Kommentare auch hier.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,4347; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,04 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 16 waren erfolgreich

Beim Parameter Brechungsindex hat Labor 29 möglicherweise die beiden Proben verwechselt. Probleme können bei diesem Parameter durch Verdampfen von Ethanol während der Messung auftreten.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 75,5 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,84 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,50 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 16 waren erfolgreich

Labor 18 sollte die abgegebenen Werte einer Plausibilitätsprüfung unterziehen, die Werte für Trockenrückstand, Wassergehalt und WAS sind in der abgegebenen Kombination nicht sinnvoll.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 19,6 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,53 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,88 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 19 Laboratorien teilgenommen, 17 waren erfolgreich

Die Vergleichsstandardabweichung von 2,5% beim Parameter Wassergehalt wird von der Fachgruppe als gut bewertet.



Farbe

Errechneter Sollwert 5 mgPt/L; rel. Vergleichsstandardabweichung 48,84 %, rel. Wiederholstandardabweichung 22,08 %.

Wie in vergangenen Ringversuchen zeigt der Parameter Farbe mit der APHA Methode eine sehr hohe Vergleichsstandardabweichung bei gleichzeitig hoher Wiederholstandardabweichung. Im Vergleich zu vorherigen Ringversuchen ist die Vergleichsstandardabweichung deutlich erhöht, was möglicherweise auf den niedrigen Farbwert zurückgeführt werden kann.

Die extrem hohe Vergleichsstandardabweichung führt dazu, dass 14 der 15 teilnehmenden Labore diesen Parameter bestanden haben.

Waschaktive Substanz

Errechneter Sollwert 73,8 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,44 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,52 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 13 Laboratorien teilgenommen, 11 waren erfolgreich.

Der Parameter Waschaktive Substanz wurde von den teilnehmenden Laboren mit einer recht niedrigen Vergleichsstandardabweichung von 1,4% bestimmt.

Ethanol

Errechneter Sollwert 5,62 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 10,66 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,61 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 12 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich.

Aufgrund der gleichmäßigen Verteilung der Labormittelwerte haben diesen Parameter alle teilnehmenden Labore bestanden.



Zusammenfassung / Schlussfolgerungen

Die Fachgruppe Analytik konnte die Erfahrungen von bisher 15 Ringversuchen in 16 Jahren nutzen.

Insgesamt können diesmal 20 Teilnehmer auf einen erfolgreich abgeschlossenen Ringversuch stolz sein.

Dieser Ringversuch zeigt einige – auch in früheren Ringversuchen beobachtete – Fehler, die von den Teilnehmern gemacht werden. Es sollte insbesondere auf die Plausibilität der Messwerte sowie der Wiederholgenauigkeit geachtet werden. Dazu sind die Messergebnisse mit weiteren Kenntnissen und Erfahrungen der Personen, die die Analyse durchführen oder die das Analyseergebnis freigeben, zu vergleichen und einzuordnen.

Hier einige Beispiele:

- Offensichtliche „Zahlendreher“ und andere Übertragungsfehler in den Angaben.
- Offensichtliche Probenverwechslung
- Offensichtlich nicht sinnvolle Ergebnisse, z.B. Angabe eines Panthenolgehaltes von 77 g/100g bei einem Wassergehalt von 86g/100g
- Einsatz anderer als der vorgegebenen Methoden
- Stark streuende Messwerte bei den Wiederholungsmessungen, die weitab von der mit der verwendeten Methode zu erwartenden Reproduzierbarkeit liegen
- Plausibilitätsprüfung der Ergebnisse, z.B. gemessener Anteil an waschaktiver Substanz im Vergleich zum Trockenrückstand und Wassergehalt
- Einhaltung der vorgegebenen Einheiten oder Messparameter, z.B. Angaben in mg/100g statt g/100g oder Natriumchlorid statt Chlorid

Der Ringversuch 2019 ist in Vorbereitung. Für Anregungen, Wünsche und konstruktive Kritik ist die Fachgruppe immer offen. Bitte wenden Sie sich hierfür an die DGK Geschäftsstelle, die die Anregungen an die Fachgruppe weitergeben wird.

Bad Homburg / Düsseldorf

Dezember 2018

Lothar Gehm und Björn Klotz

Anhang

Zusammengefasste Ergebnisse der teilnehmenden Labore.

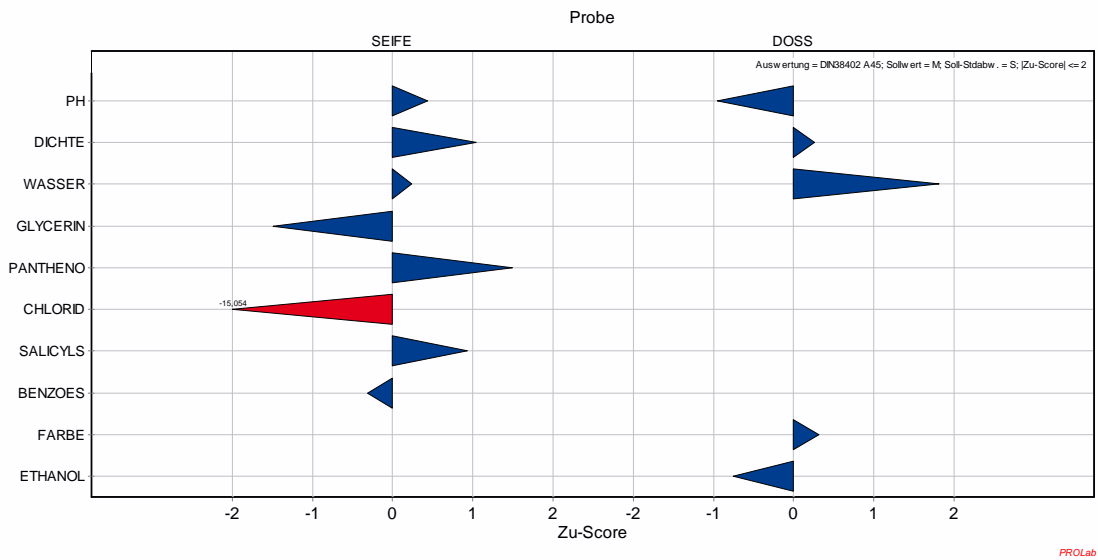


Abbildung 54: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 01 (bestanden)

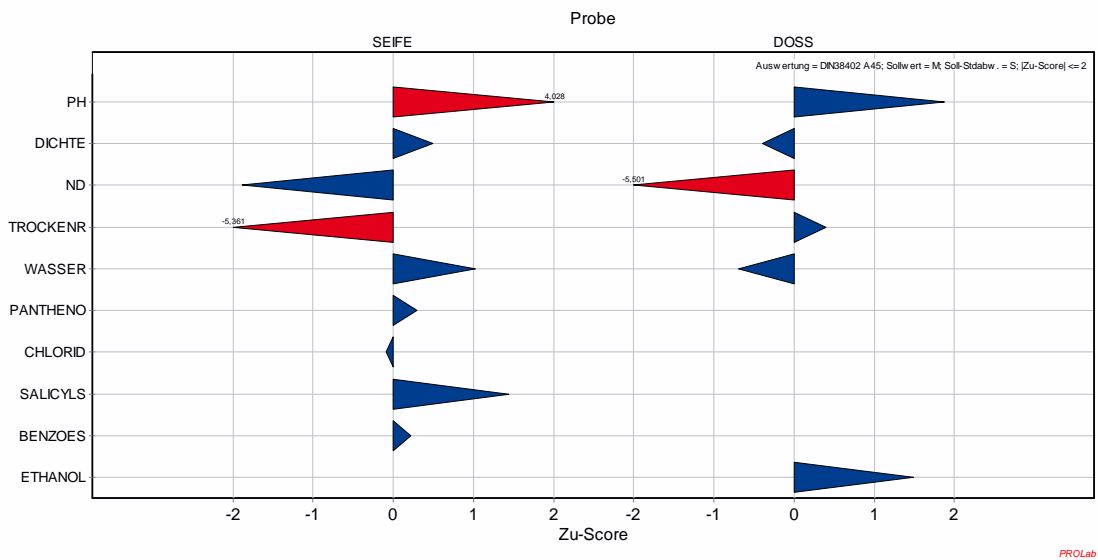


Abbildung 55: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 02 (bestanden)

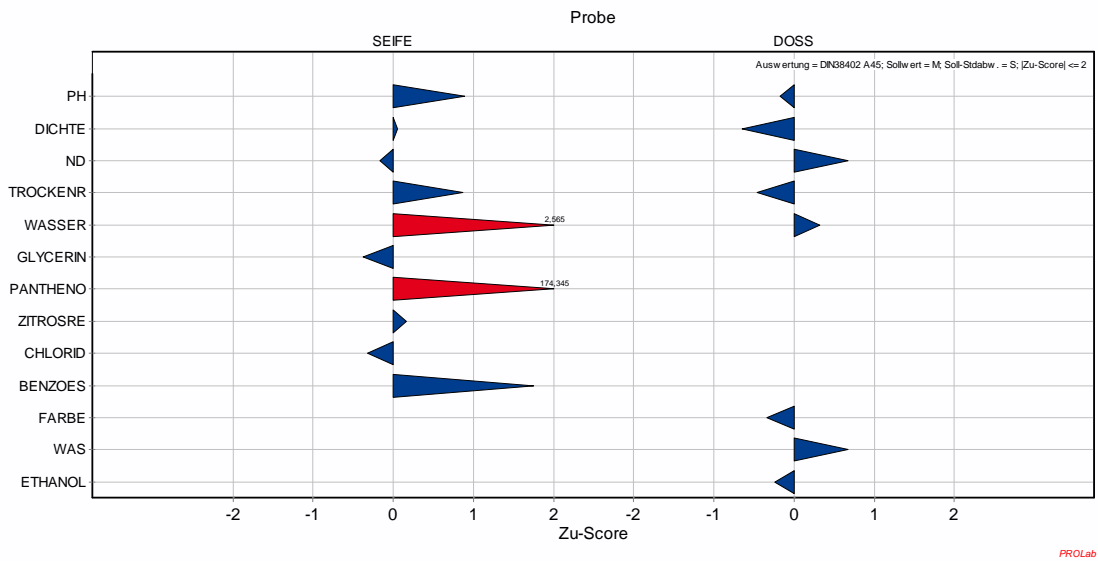


Abbildung 56: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 03 (bestanden)

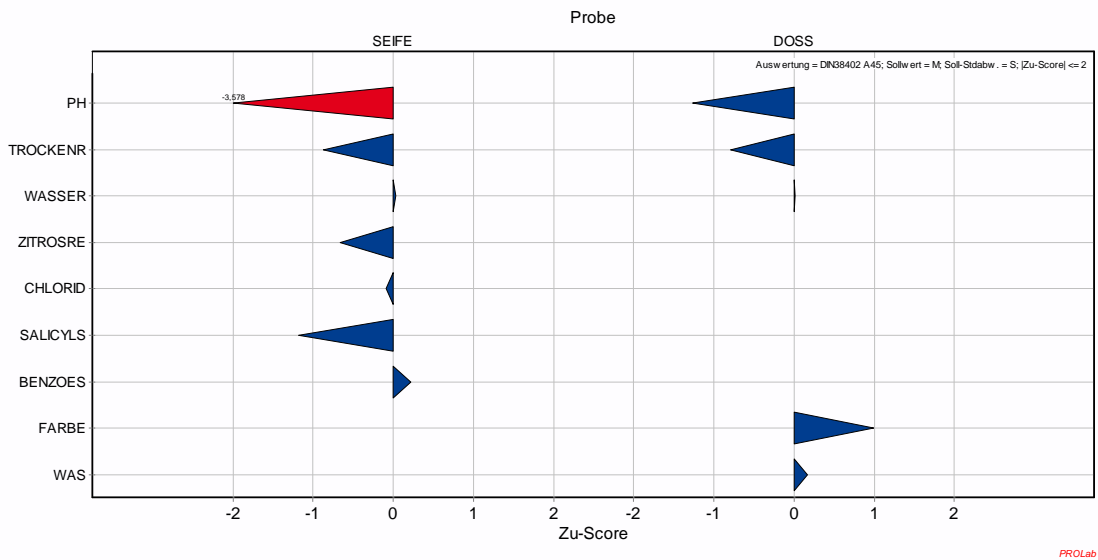


Abbildung 57: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 04 (bestanden)

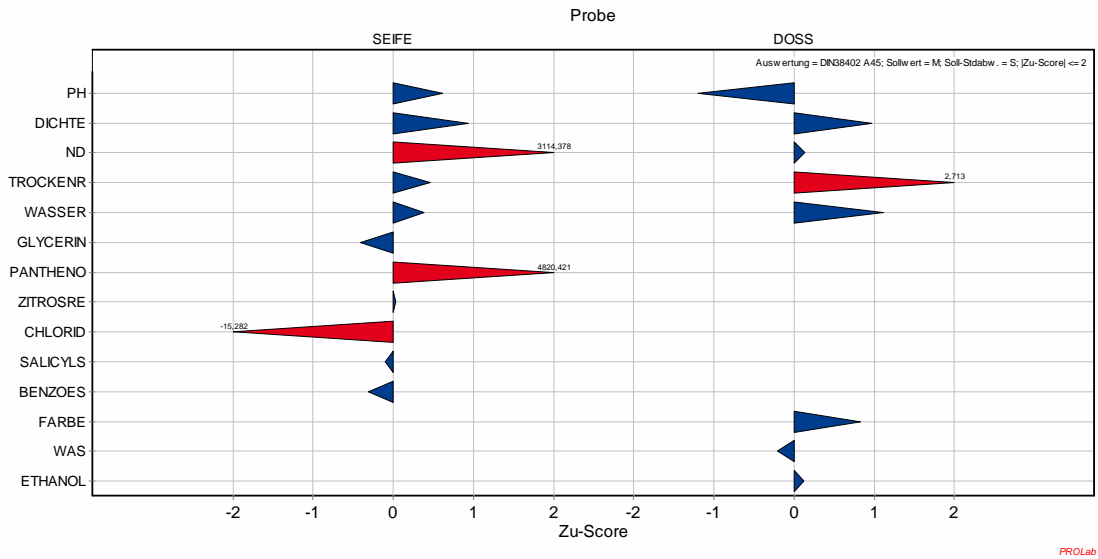


Abbildung 58: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 05 (nicht bestanden)

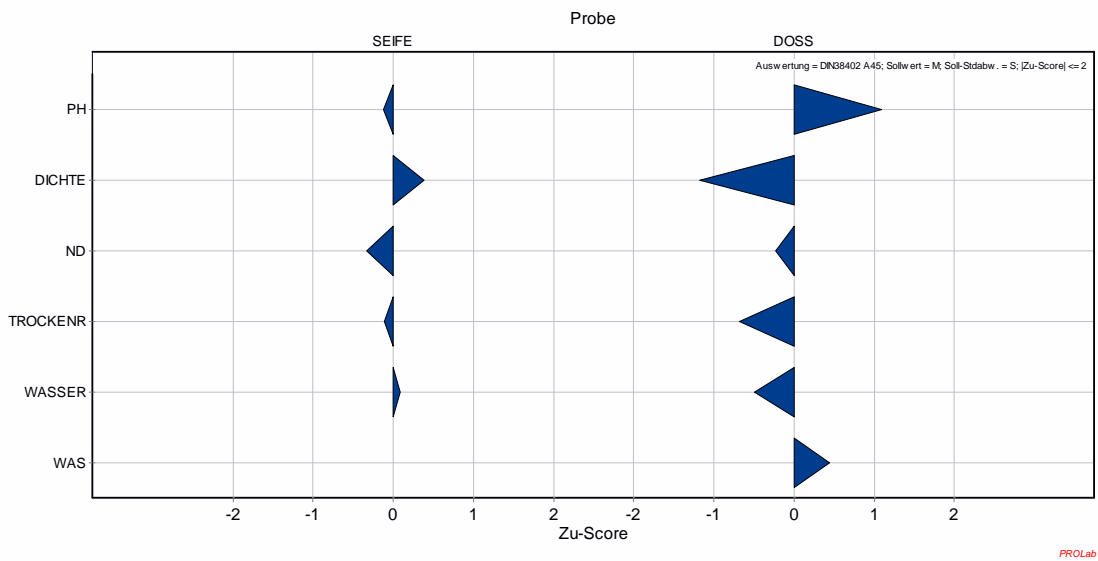


Abbildung 59: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 06 (bestanden)

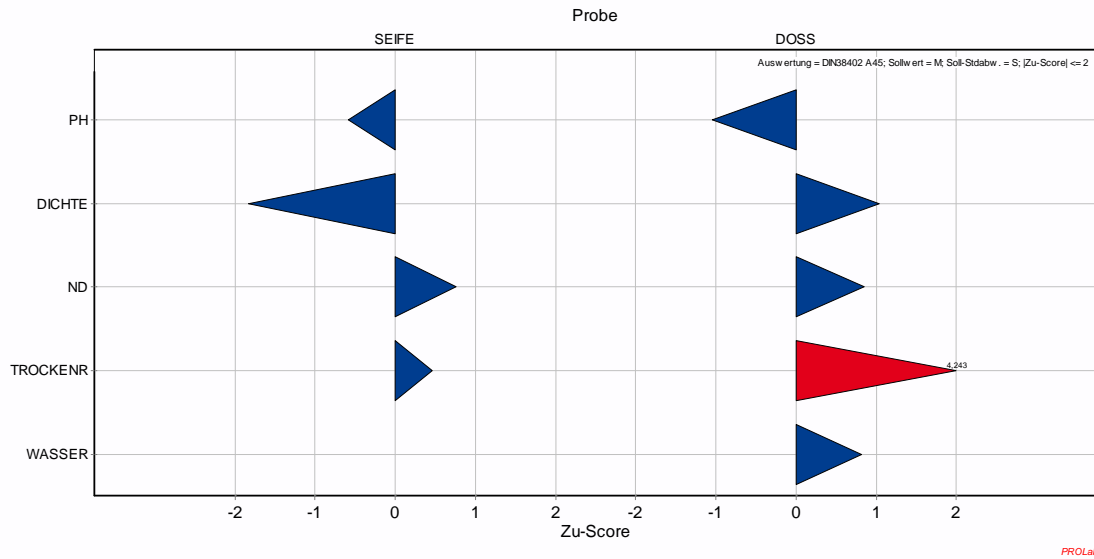


Abbildung 60: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 07 (bestanden)

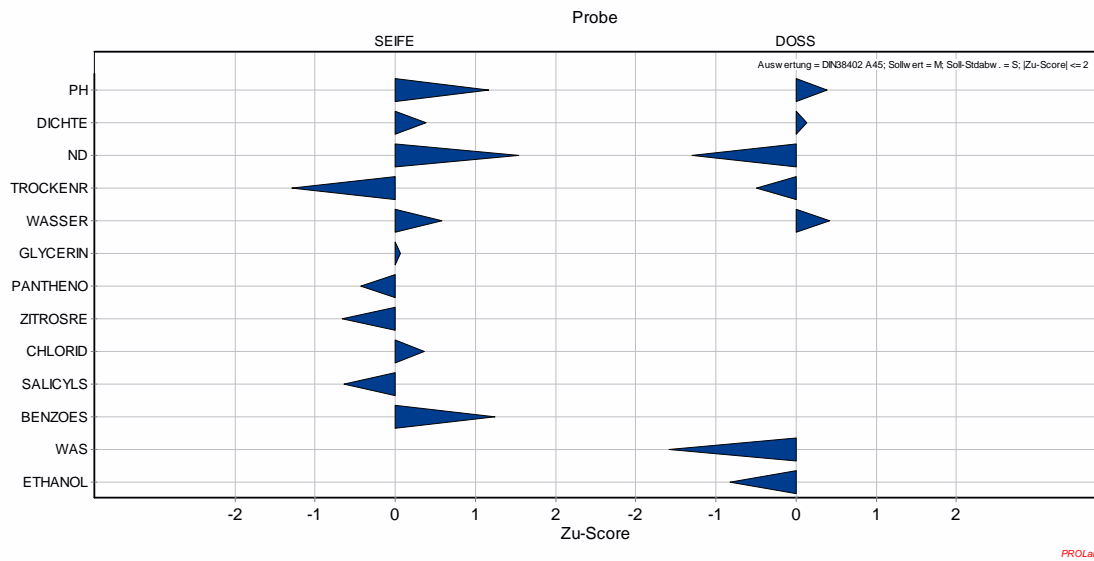


Abbildung 61: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 08 (bestanden)

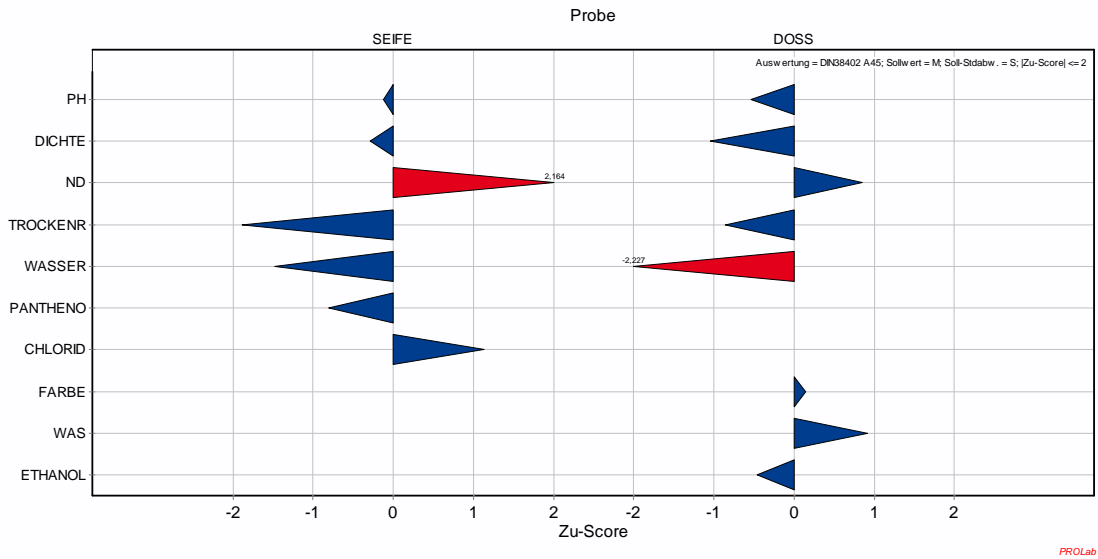


Abbildung 62: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 09 (bestanden)

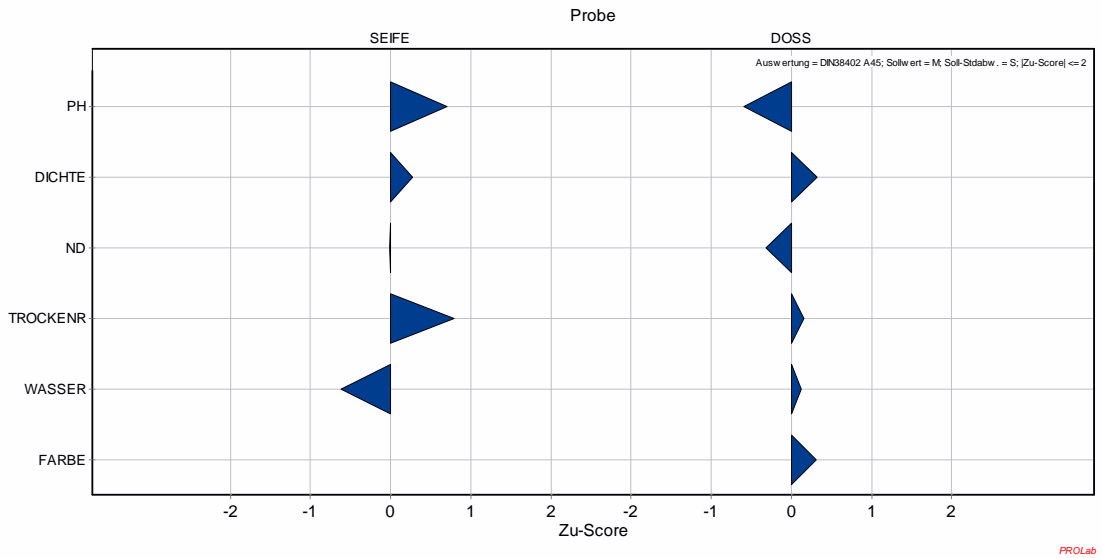


Abbildung 63: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 10 (bestanden)

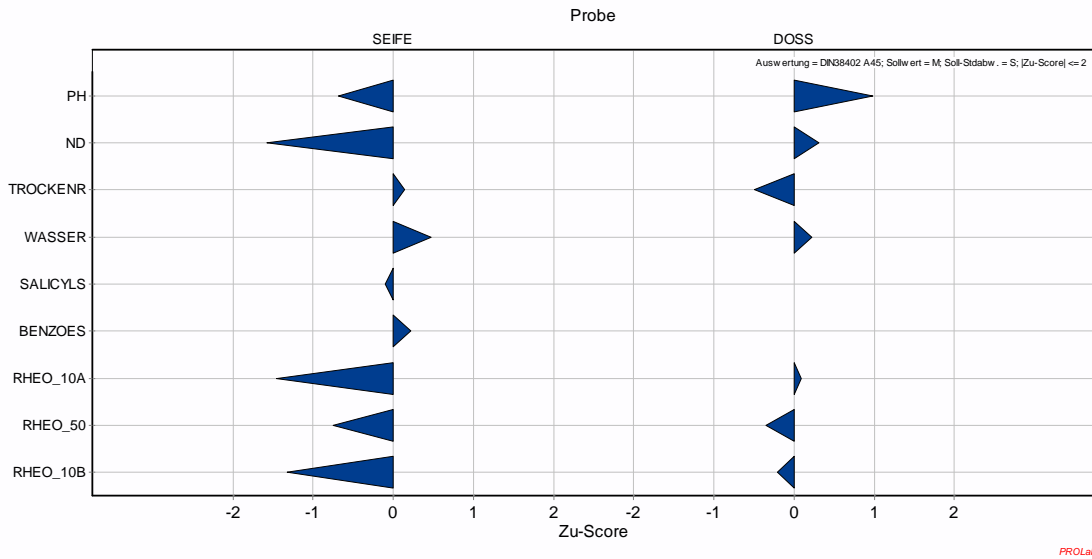


Abbildung 64: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 11 (bestanden)

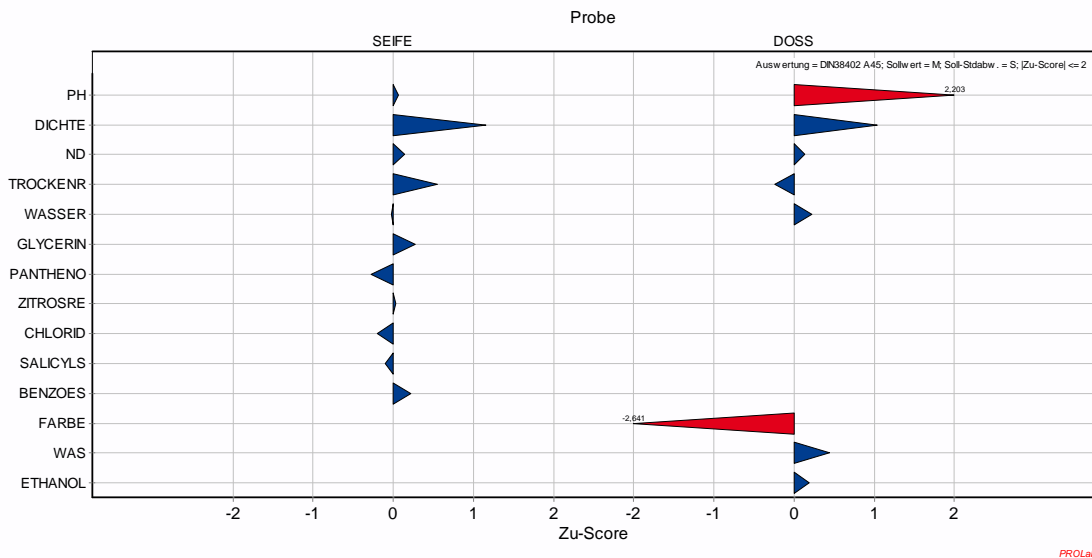


Abbildung 65: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 14 (bestanden)

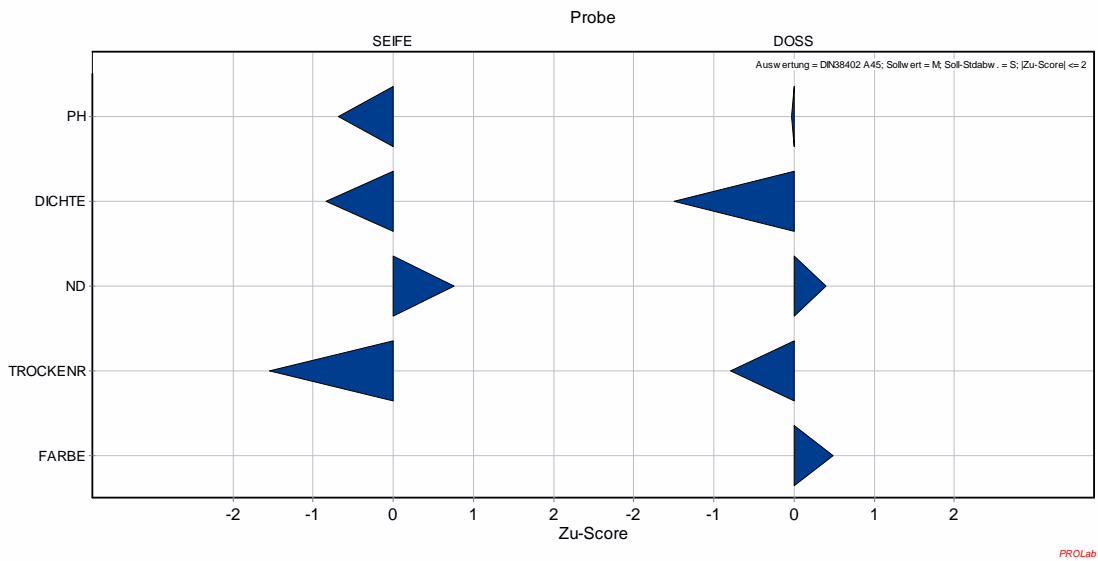


Abbildung 66: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 15 (bestanden)

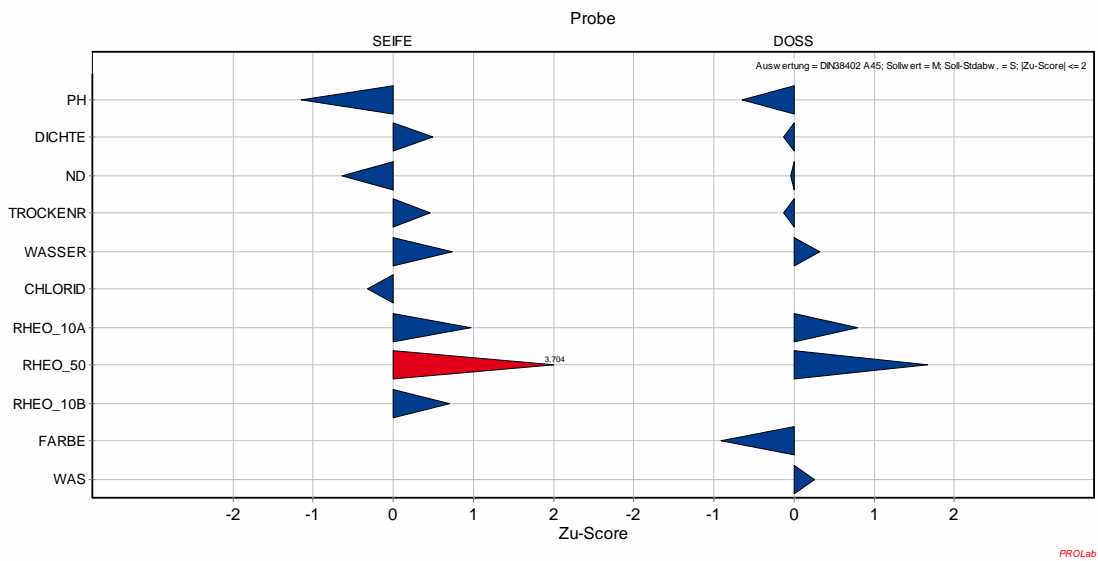


Abbildung 67: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 17 (bestanden)

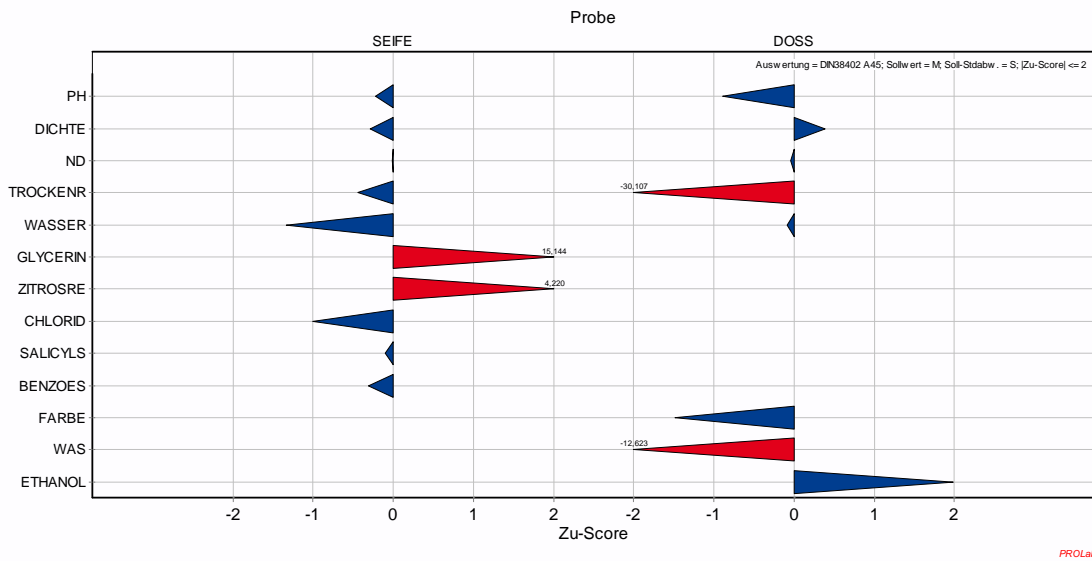


Abbildung 68: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 18 (nicht bestanden)

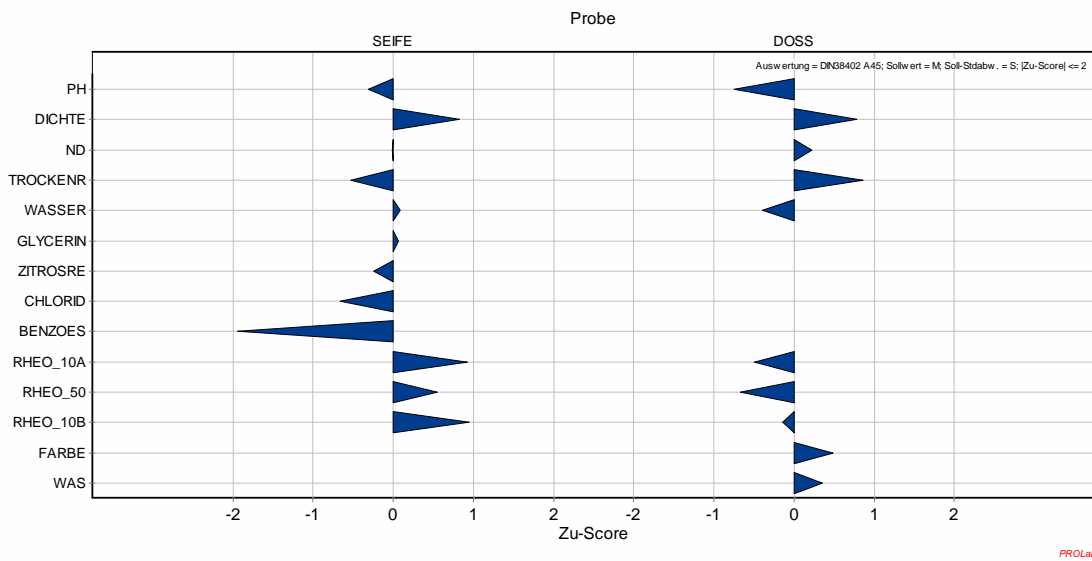


Abbildung 69: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 19 (bestanden)

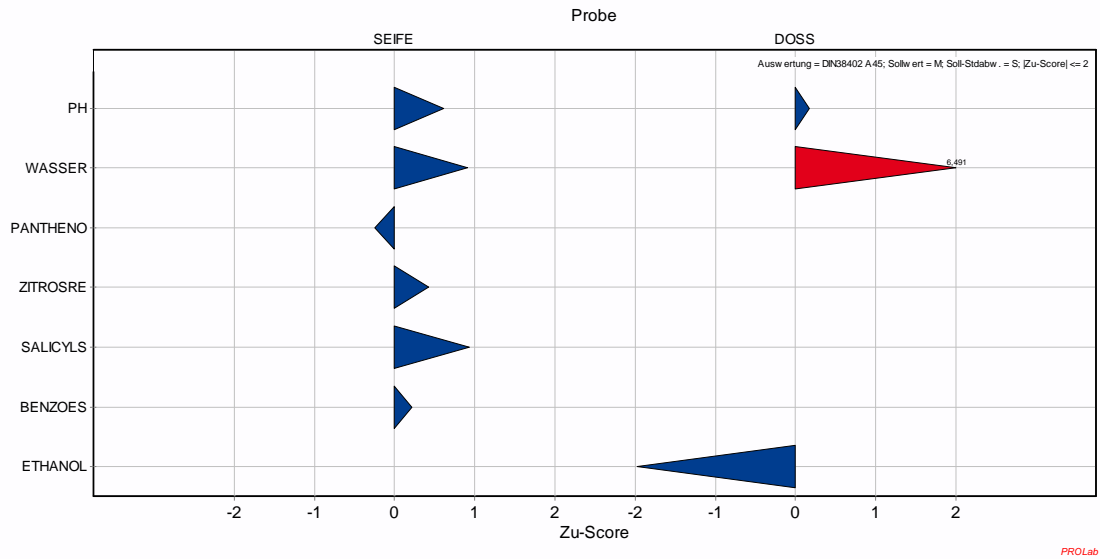


Abbildung 70: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 20 (bestanden)

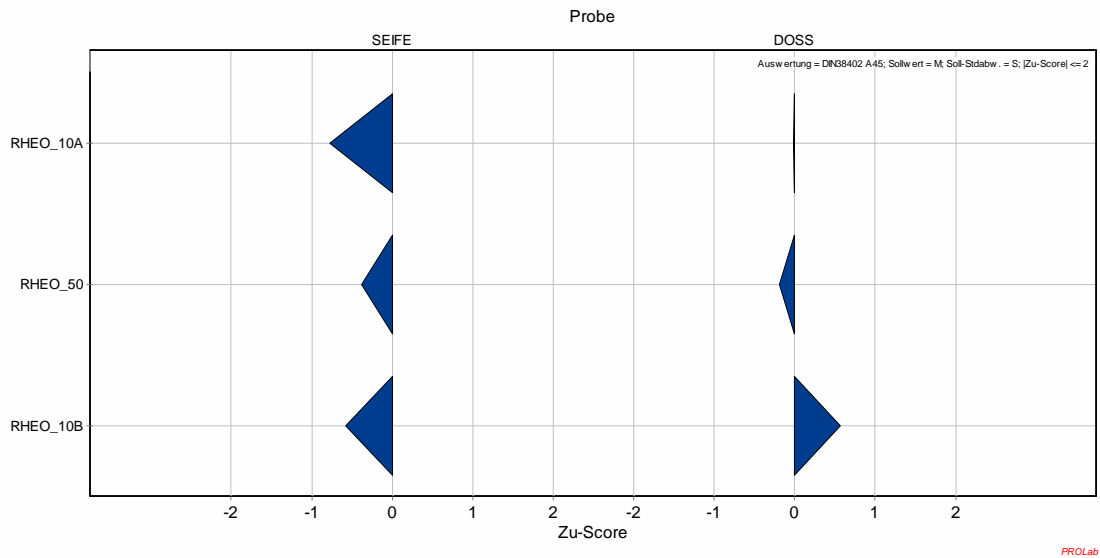


Abbildung 71: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 22 (bestanden).

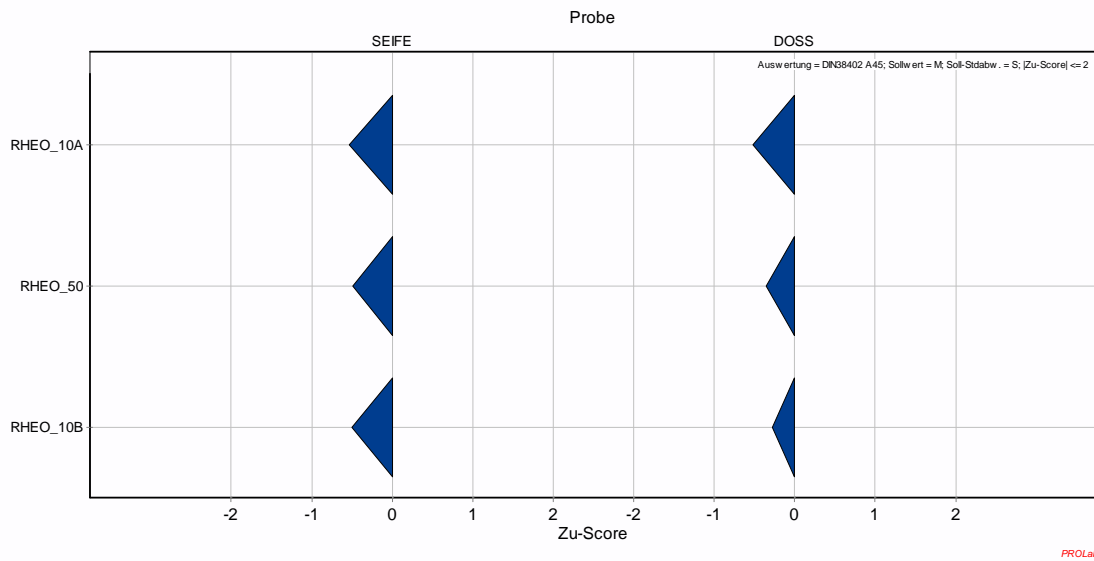


Abbildung 72: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 23 (bestanden)

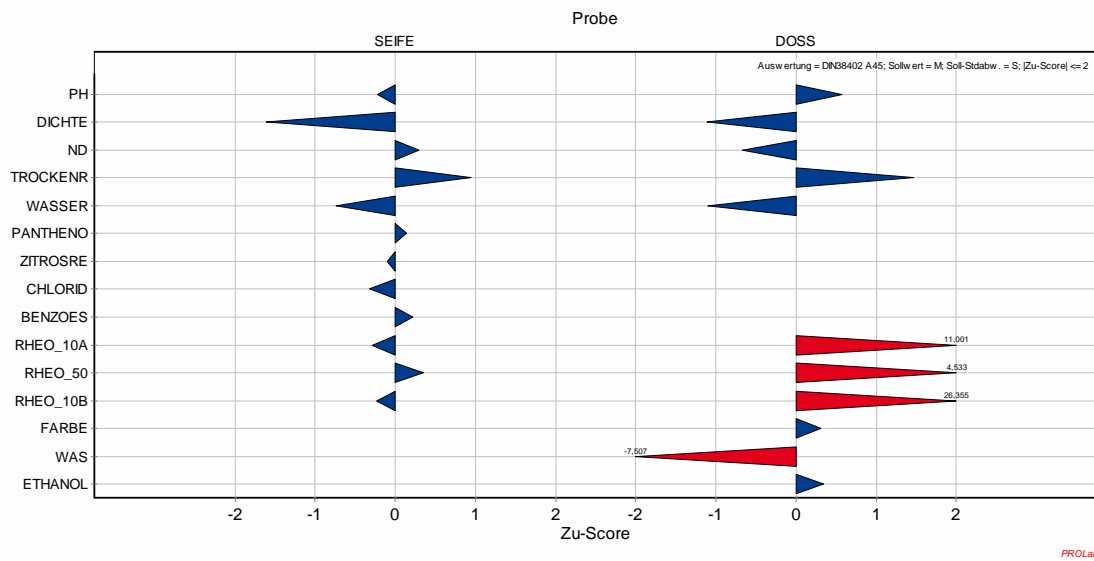


Abbildung 73: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 24 (bestanden)

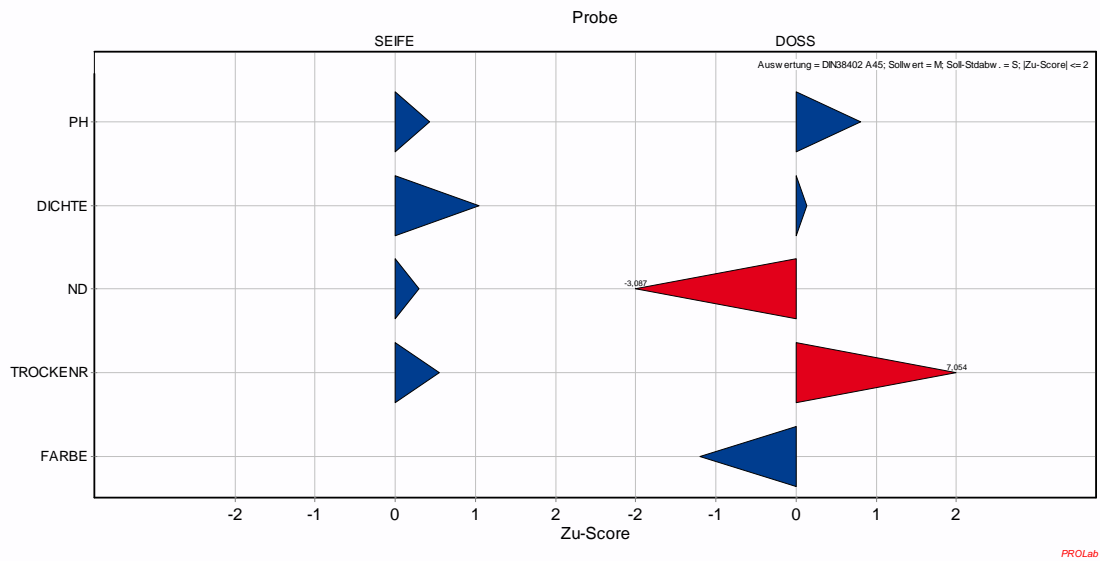


Abbildung 74: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 25 (nicht bestanden)

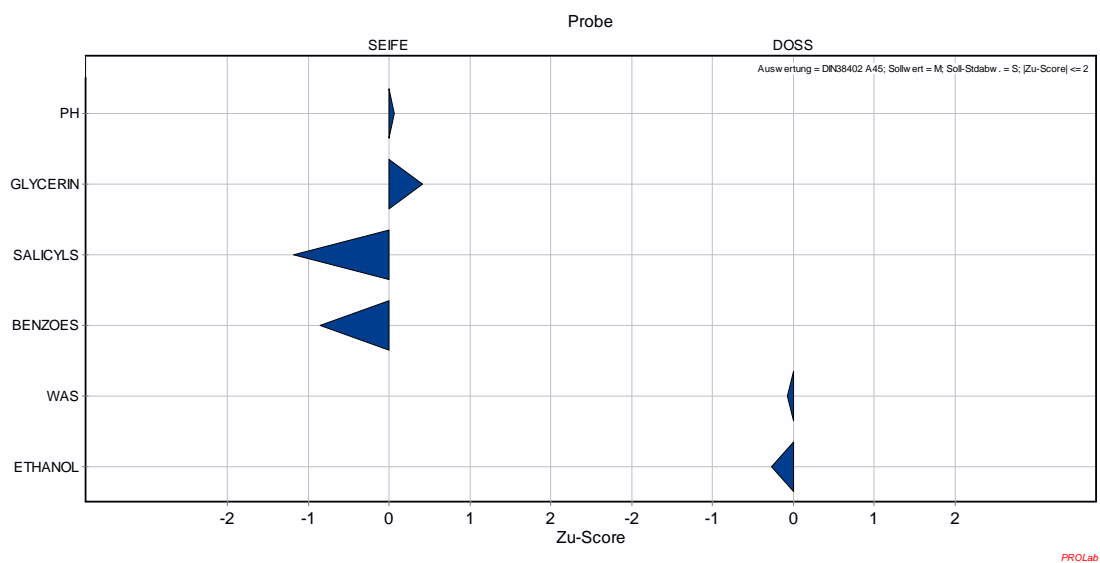


Abbildung 75: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 26 (bestanden)

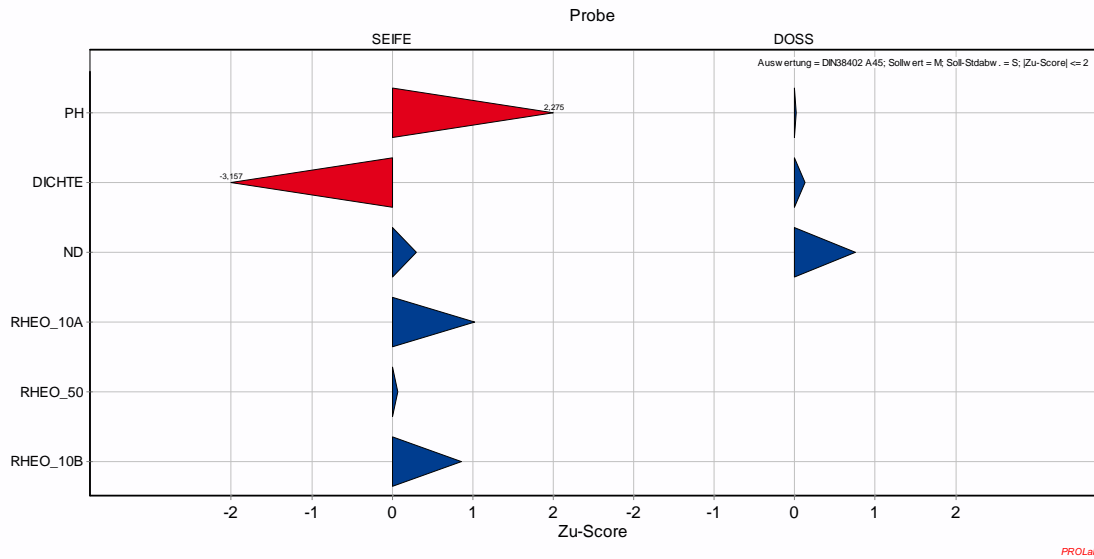


Abbildung 76: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 27 (nicht bestanden)

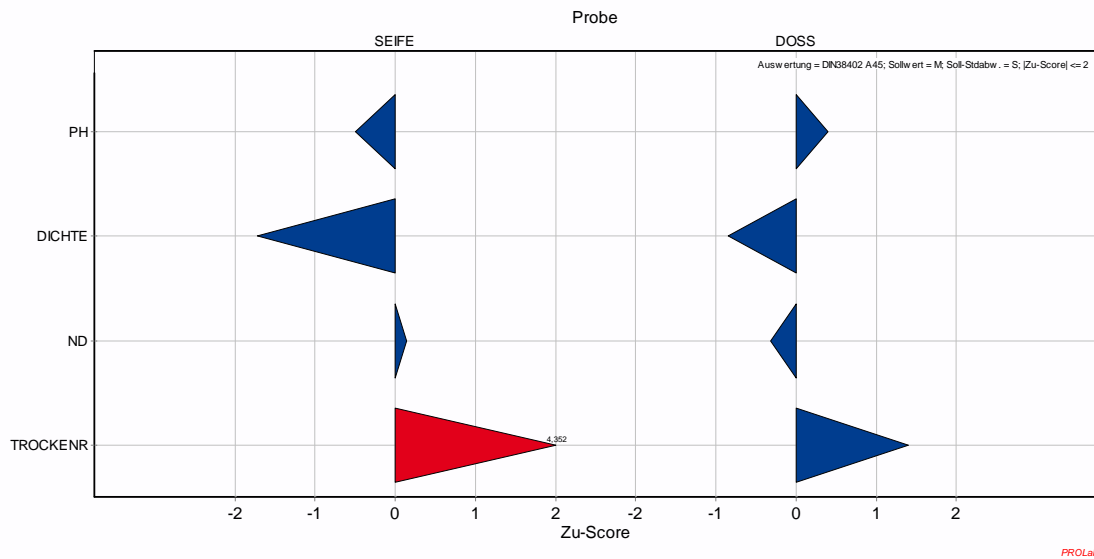


Abbildung 77: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 28 (bestanden). Bei diesem Labor fließen die abgegebenen Werte der Rheologie nicht in die Auswertung ein, da ein nicht DIN konformes Messsystem verwendet wurde.

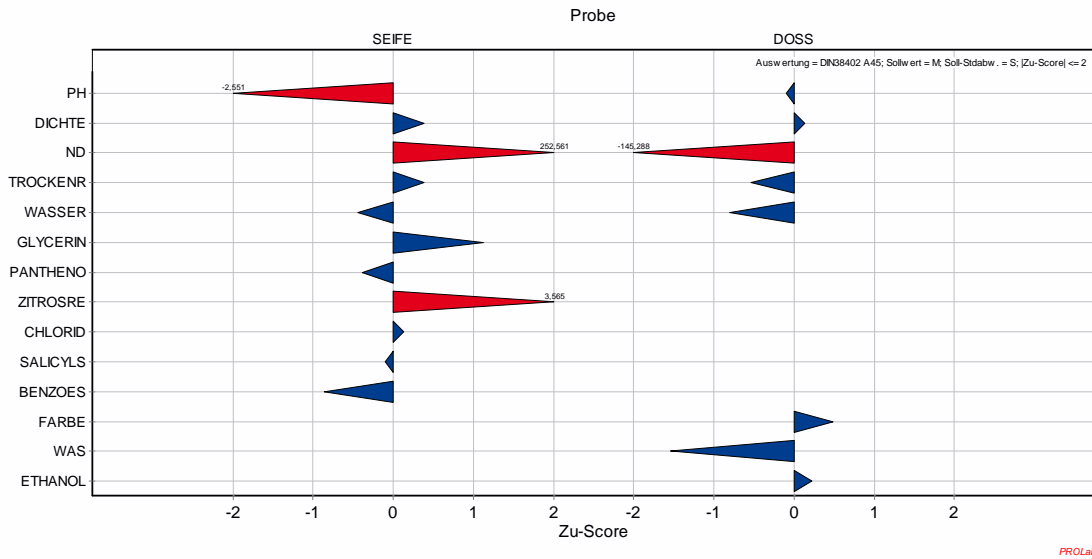


Abbildung 78: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 29 (nicht bestanden)

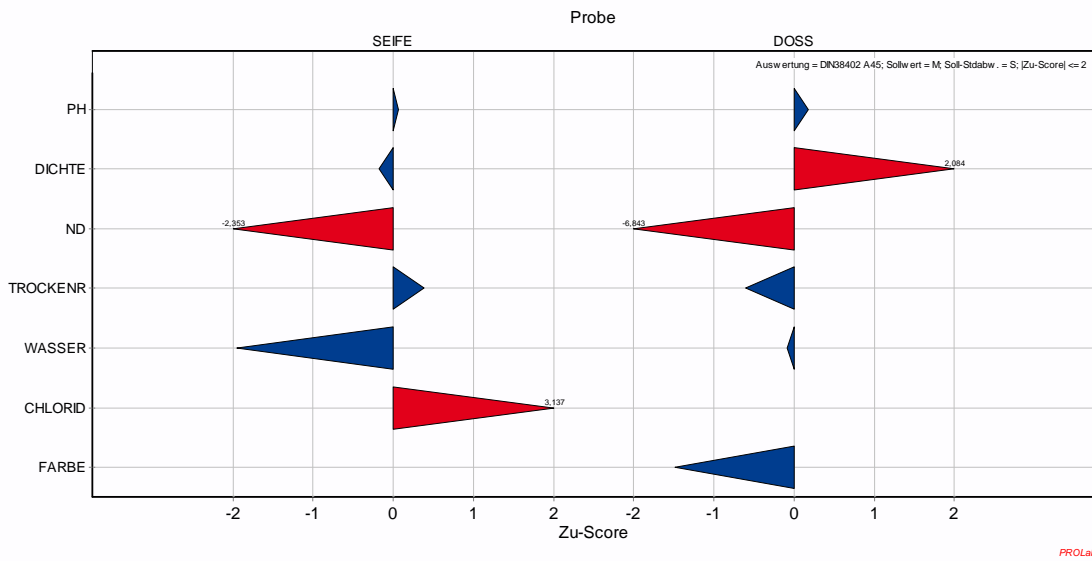


Abbildung 79: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 30 (nicht bestanden)