



Ringversuch 2019

Bestimmung physikalisch-chemischer Parameter in einem Duschgel und einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Düsseldorf, 6.03.2020



Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	4
Zusammenfassung und Ausblick	6
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	8
Duschgel, Ergebnisübersicht pH-Wert	9
Duschgel, Ergebnisübersicht Dichte	10
Duschgel, Ergebnisübersicht Brechungsindex	11
Duschgel, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	12
Duschgel, Ergebnisübersicht Wassergehalt	13
Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert L*	14
Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert a*	15
Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert b*	16
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter des Duschgels.....	17
Duschgel, Ergebnisübersicht Rheologie.....	19
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung.....	22
Duschgel, Ergebnisübersicht Chlorid	23
Duschgel, Ergebnisübersicht Methylisothiazolinon-gehalt	24
Duschgel, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol	25
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe des Duschgels.....	26
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht pH-Wert.....	27
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Wassergehalt	28
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert L*	29
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert a*	30
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert b*	31
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Trübung.....	32
Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Koffein.....	33
Kommentar der Fachgruppe zur Tee-Extrakt-Analytik.....	34
Zusammenfassung / Schlussfolgerungen	36
Anhang	37



Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe 16 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 2019 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'-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 Duschgel sowie ein Rohstoff. Sowohl das Duschgel 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 „Duschgel“:

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Trockenrückstand, Wassergehalt, Farbzahl, L*a*b* Farbwerte, SLES, Chlorid, Methylisothiazolinon, Phenoxyethanol, Butylmethoxydibenzoylmetan, Ethylhexylmethoxycinnamat, Ethylhexylsalicylat und Rheologie

Ringversuch „Rohstoff“:

pH-Wert, Wassergehalt, Farbzahl, L*a*b* Farbwerte, Trübung, Methanol und Koffein

Als Rohstoff kam 2019 ein Tee-Extrakt zum Einsatz.

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2019 als Laborvergleichsuntersuchung konzipiert und diente nicht der Validierung von Prüfmethoden. Daher wurden den Teilnehmern nur die zur Durchführung notwendigsten Angaben zu Prüfmethoden vorgegeben.

Der Probenversand wurde im April 2019 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 30. Juni 2019. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab September 2019.



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 Analyseergebnisse von einem konventionell richtigen Wert („Sollwert“, hier: Mittelwert der Labor Messwerte) erfolgen. Diese Abweichungen der Analyseergebnisse vom Sollwert werden in so genannten Z-Scores ausgedrückt:

Z- Score = (Analyseergebnis – Sollwert) / 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. Da im diesjährigen Ringversuch erstmals negative Messwerte vorkommen können ($L \cdot a \cdot b \cdot$ Farbwerte) wird die Leistungsbewertung über Z' -Scores durchgeführt.

Der Z' -Score berechnet sich wie folgt:

$$Z' = \frac{\text{Analyseergebnis} - m_{\text{soll}}}{\sqrt{(s_{\text{soll}}^2 + u_{\text{ref}}^2)}}$$

Wobei m_{soll} der Sollwert, s_{soll} die Soll-Standardabweichung und u_{ref} die Standardunsicherheit des Sollwertes darstellt (siehe unten).

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

In den folgenden Graphiken zeigen alle blauen Balken die Z' Scores, die innerhalb des Toleranzbereiches von +/- 2 liegen, Z' Scores im Bereich >2 und ≤3 sind durch gelbe Balken und Z' Scores >3 durch rote Balken gekennzeichnet. Der Übersichtlichkeit wegen sind alle Z' 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-Warngrenzen, 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 2020 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.

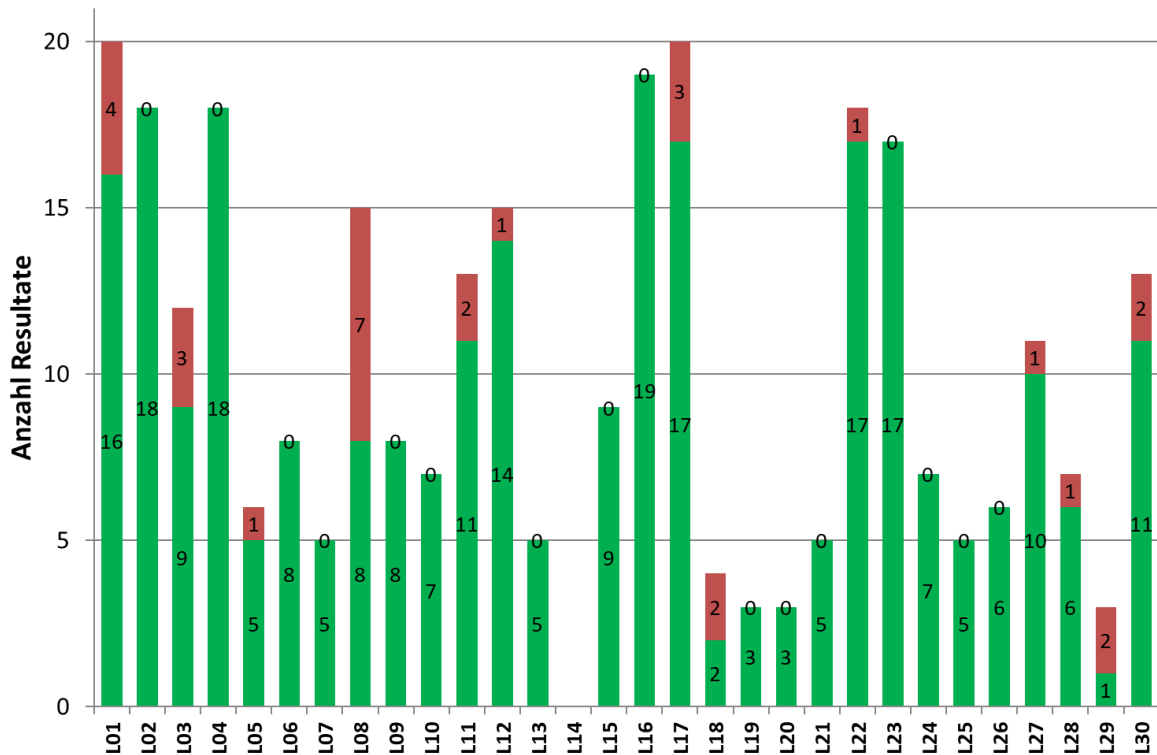


Abbildung 1: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer

Insgesamt 14 der 25 in 2019 teilnehmenden und bewerteten Labore haben alle abgegebenen Ergebnisse richtig bestimmt, 2 Labore konnten die geforderten 80% richtige Ergebnisse nicht erreichen. Vier weitere Labore gaben weniger als 5 Messwerte ab und konnten nicht bewertet werden, ein Labor hatte 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'-Scores sind die „richtigen“ Ergebnisse (Z'-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 Duschgel.

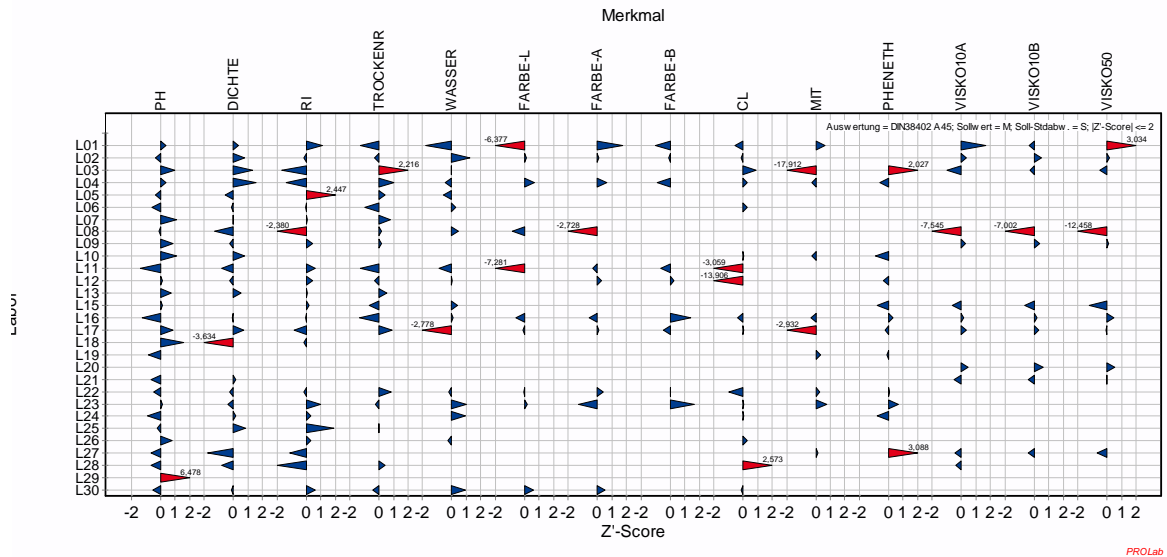


Abbildung 2: Z'-Scores pro Parameter; Matrix Duschgel

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

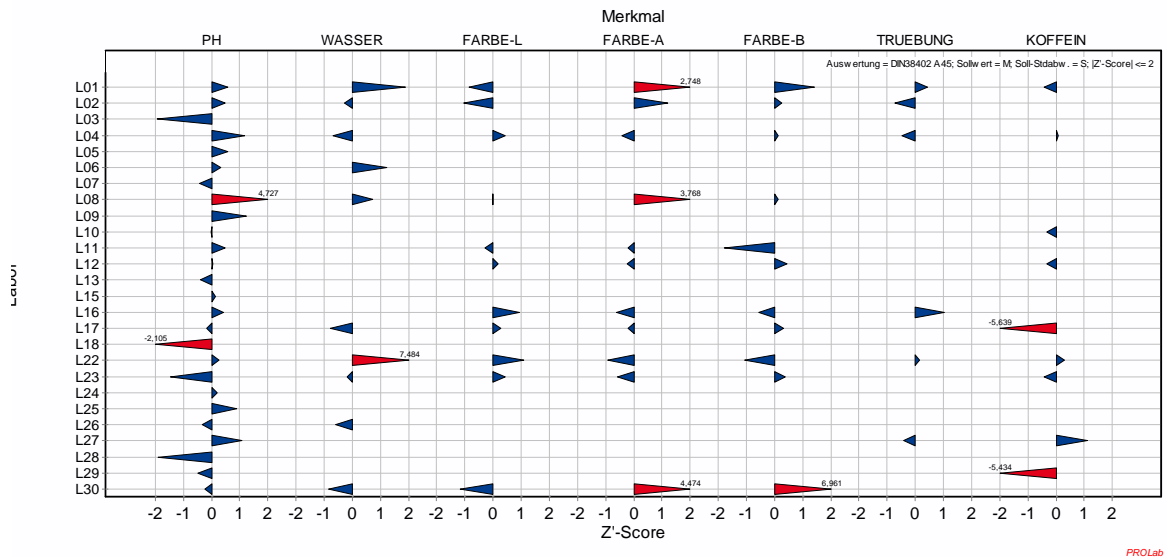


Abbildung 3: Z'-Scores pro Parameter; Matrix Rohstoff

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 Einzelmessungen der Doppelbestimmung 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' Scores mit den richtigen Werten in blau und den falschen in gelb bzw. rot unter Angabe des genauen Z' Scores.
- Wird von den Teilnehmern eine offensichtlich andere Methodik als vorgegeben verwendet, wird das Ergebnis nicht für die Auswertung berücksichtigt. Wenn keine Angaben zur Methodik gemacht werden, wird angenommen, dass die Vorgaben beachtet wurden.
- Werden von den Vorgaben abweichende Messmethoden eingesetzt, aber die Methodik ist nach der Meinung der Experten der Fachgruppe vergleichbar, dann können die Ergebnisse gewertet werden.



Duschgel, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 28 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,49; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,78 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,54 %.

Tabelle 1: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	5,53	5,45	5,58	5,53	5,45	5,43	5,60	5,47	5,57	5,59	5,35	5,50	5,56		5,50
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
pH-Wert	5,36	5,57	5,64	5,41		5,42	5,44	5,50	5,39	5,46	5,56	5,42	5,42	6,13	5,44

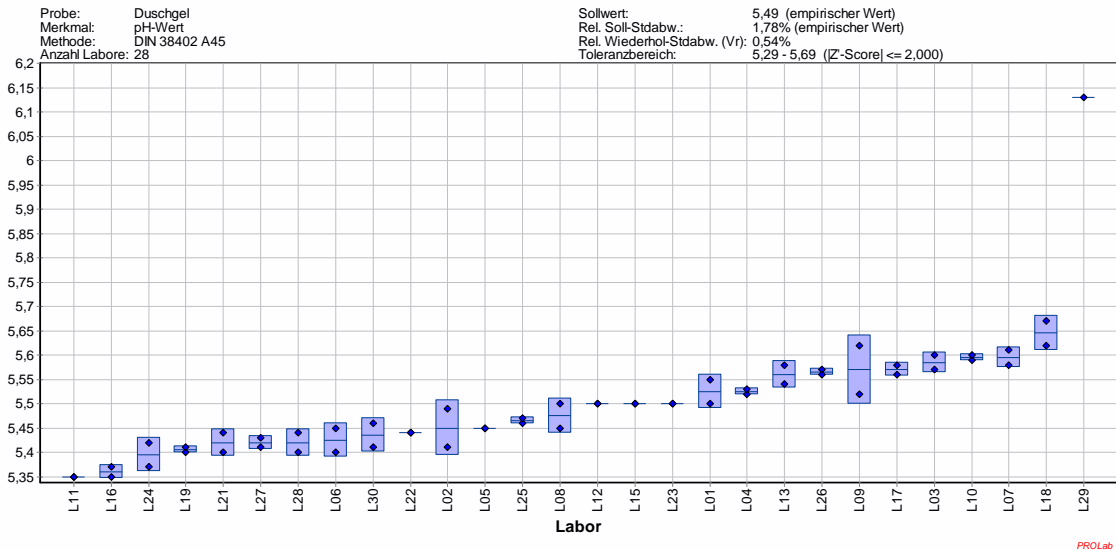


Abbildung 4: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

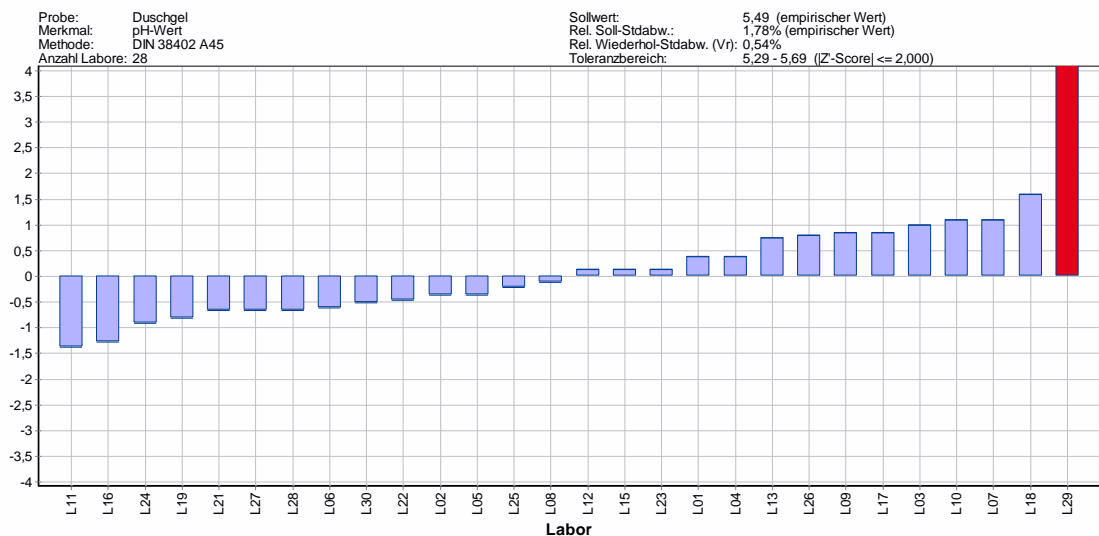


Abbildung 5: pH-Wert, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Duschgel, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 24 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,0317 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,07 %, 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)	1,0320	1,0323	1,0327	1,0329	1,0313	1,0316	1,0317	1,0307	1,0315	1,0323	1,0311	1,0315	1,0321		
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/mL)	1,0316	1,0322	1,0289			1,0318	1,0315	1,0314	1,0318	1,0324		1,0303	1,0311		1,0316

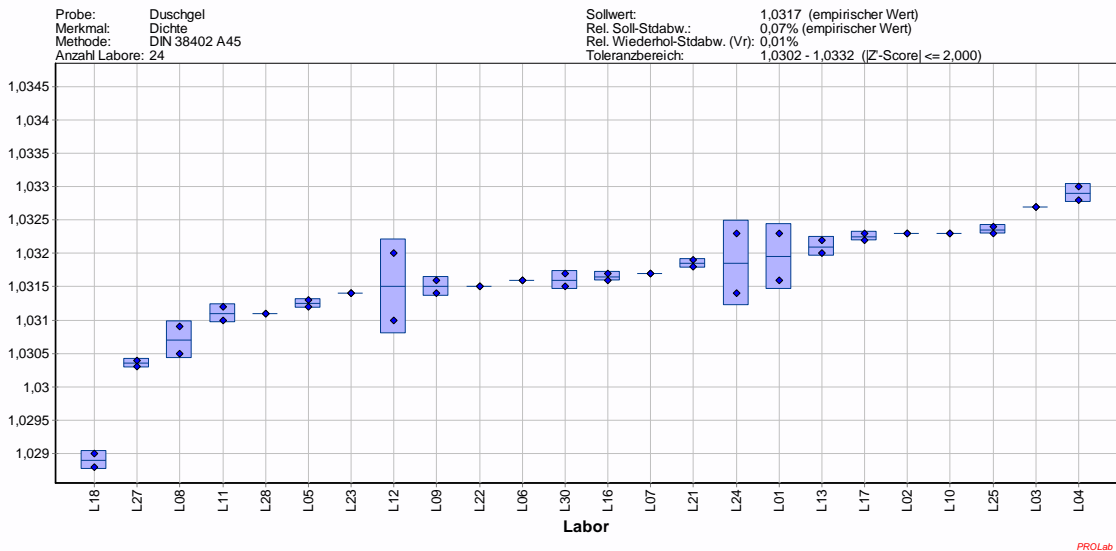


Abbildung 6: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

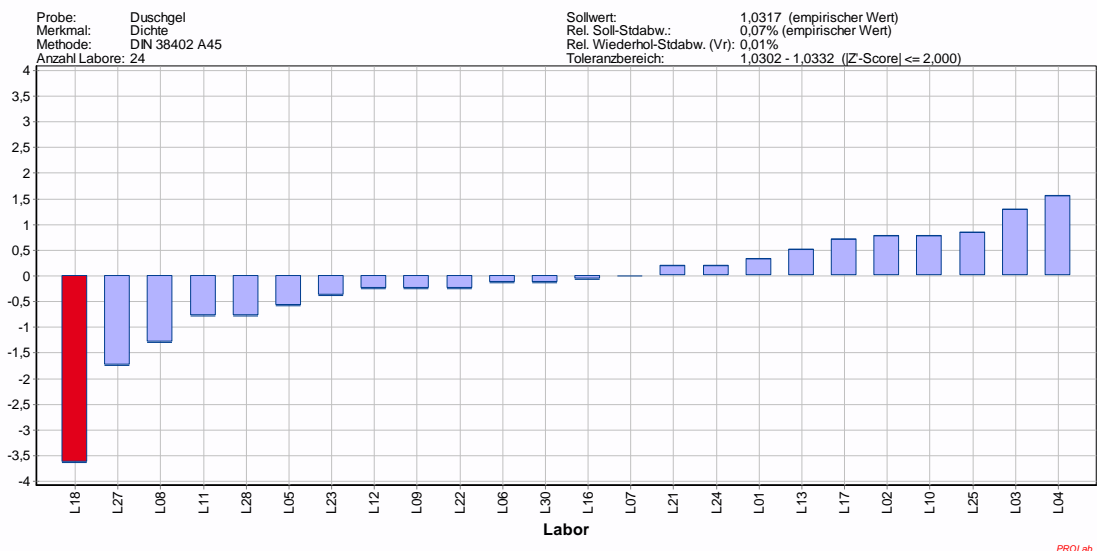


Abbildung 7: Dichte, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Duschgel, Ergebnisübersicht Brechungsindex

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

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 24 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,3656, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,03 %, 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	1,3660	1,3655	1,3648	1,3649	1,3666	1,3655	1,3656	1,3645	1,3657		1,3659	1,3657	1,3656		1,3657
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert	1,3655	1,3652	1,3655				1,3655	1,3660	1,3657	1,3664	1,3657	1,3651	1,3647		1,3659

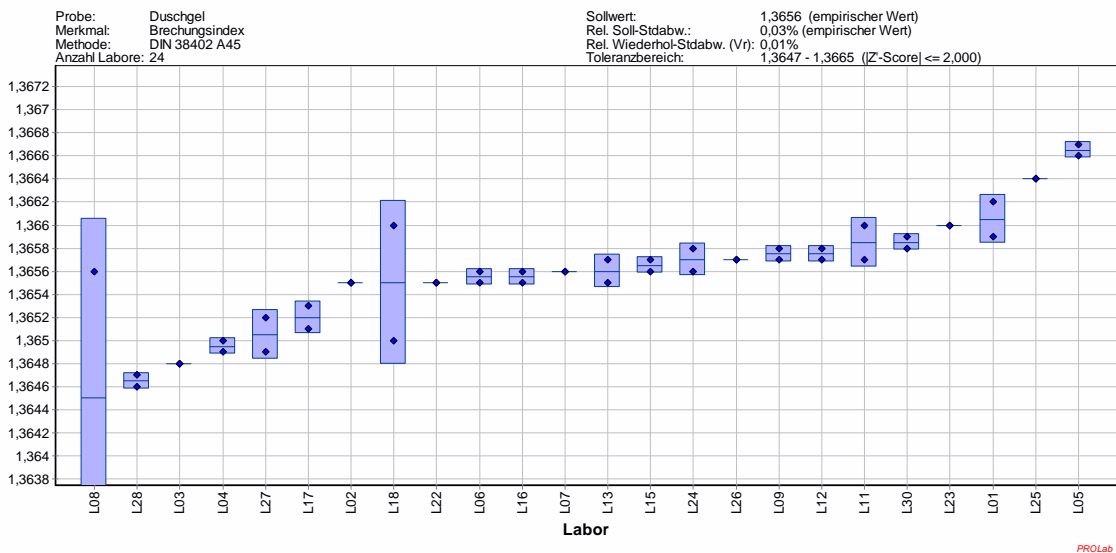


Abbildung 8: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

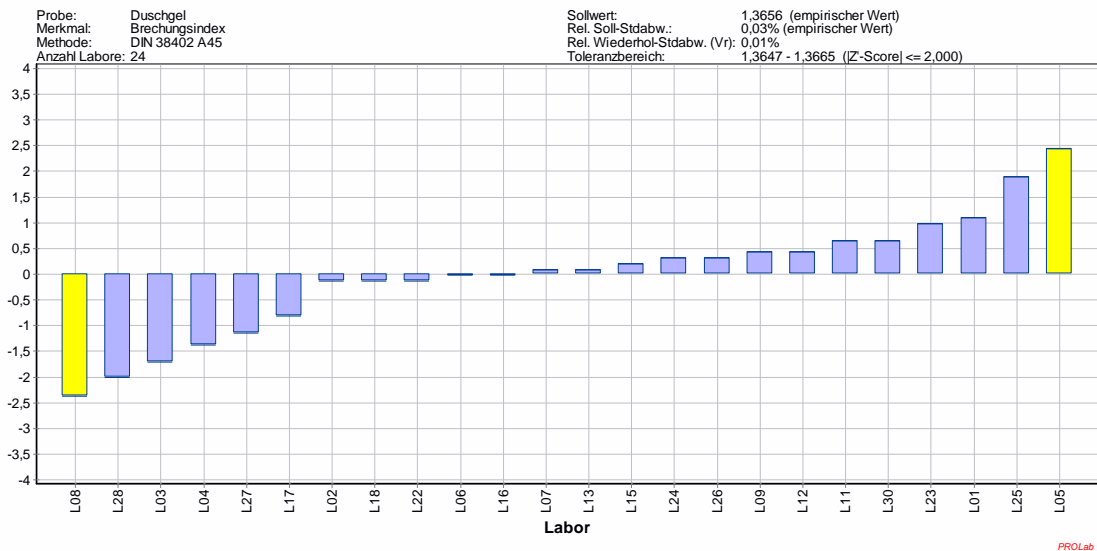


Abbildung 9: Brechungsindex, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Duschgel, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

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

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 22,4 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,54 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,10 %.

Tabelle 4: Messwerte Trockenrückstand

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

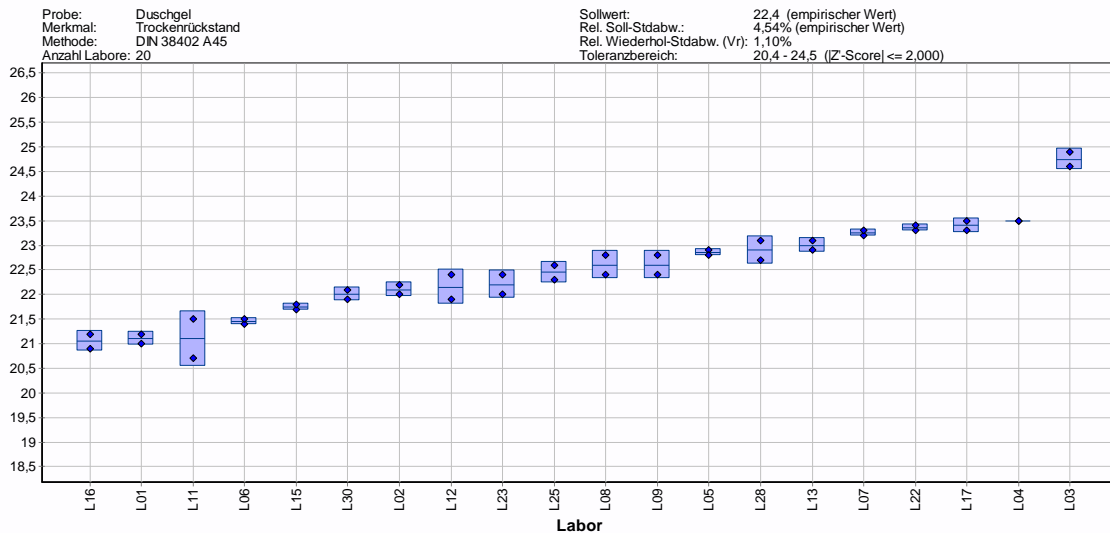


Abbildung 10: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

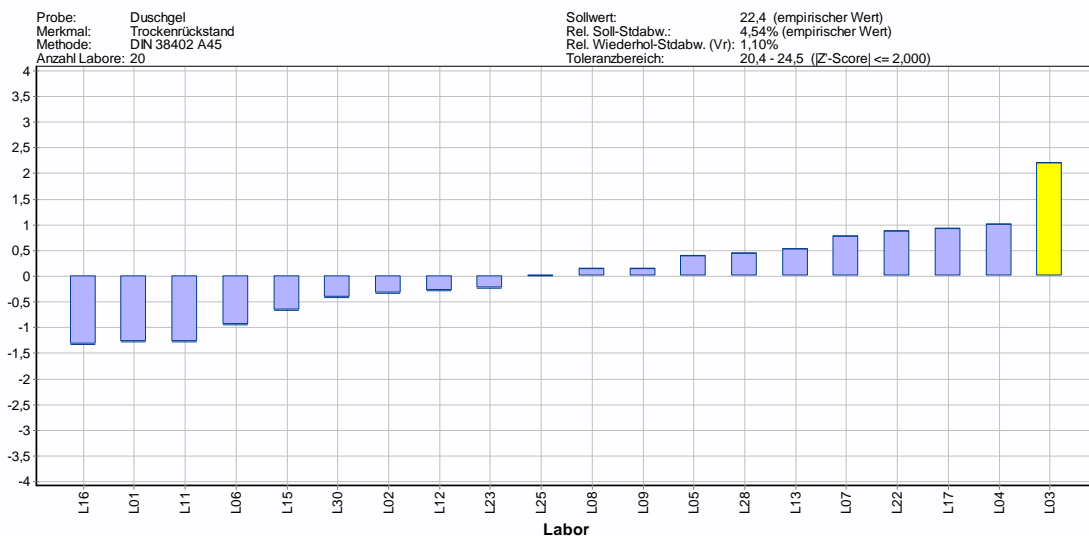


Abbildung 11: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Z'-Scores

Duschgel, Ergebnisübersicht Wassergehalt

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

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 17 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 75,4 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,82 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,43 %.

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)	72,9	77,2	75,3	74,8	74,6	75,8		76,1			74,2	75,5			76,0
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)	75,5	71,5					75,1	76,8	76,8		75,0				76,8

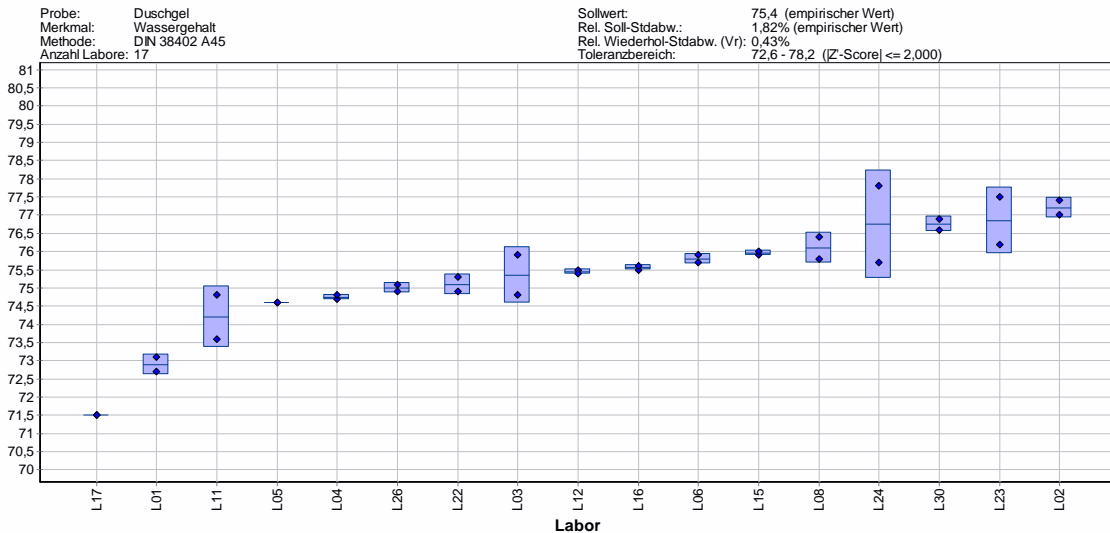


Abbildung 12: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

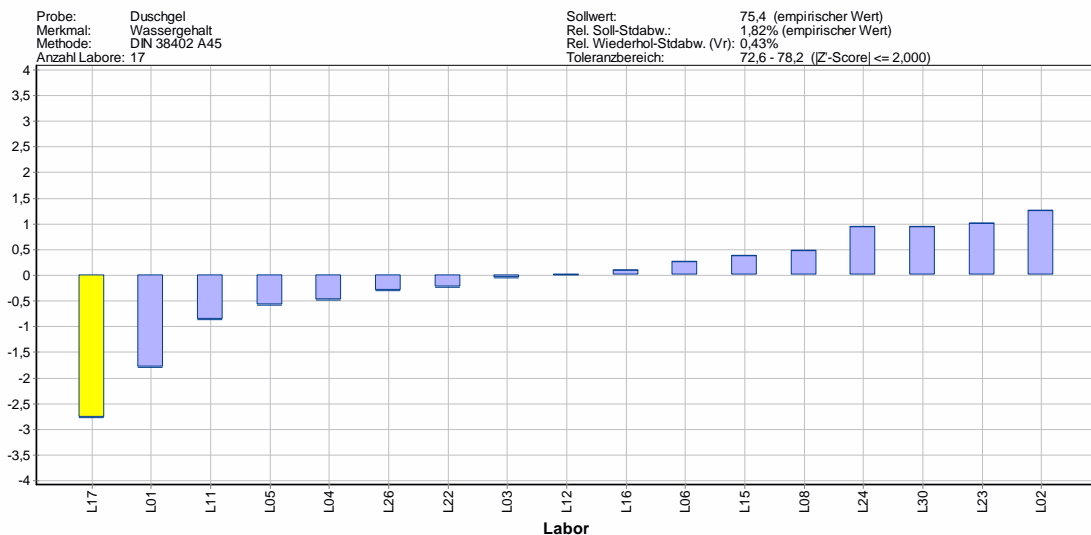


Abbildung 13: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert L*

Zur Bestimmung des Farbwertes L* wurden folgende Vorgaben gemacht: direkte Messung bei 20°C in 1mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter L* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 68,1, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,33 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,49 %.

Tabelle 6: Messwerte Farbwerte L*

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert	62,1	68,2		68,8				67,3			61,3	68,1			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert	67,5	68,0					68,0	68,3							68,7

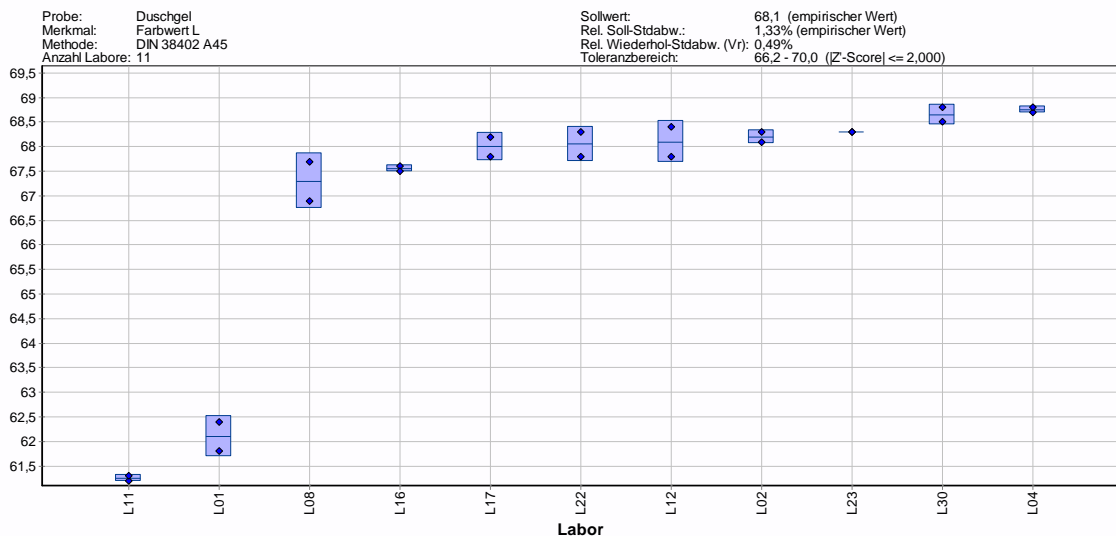


Abbildung 14: Farbwert L*, graphische Darstellung der Messwerte

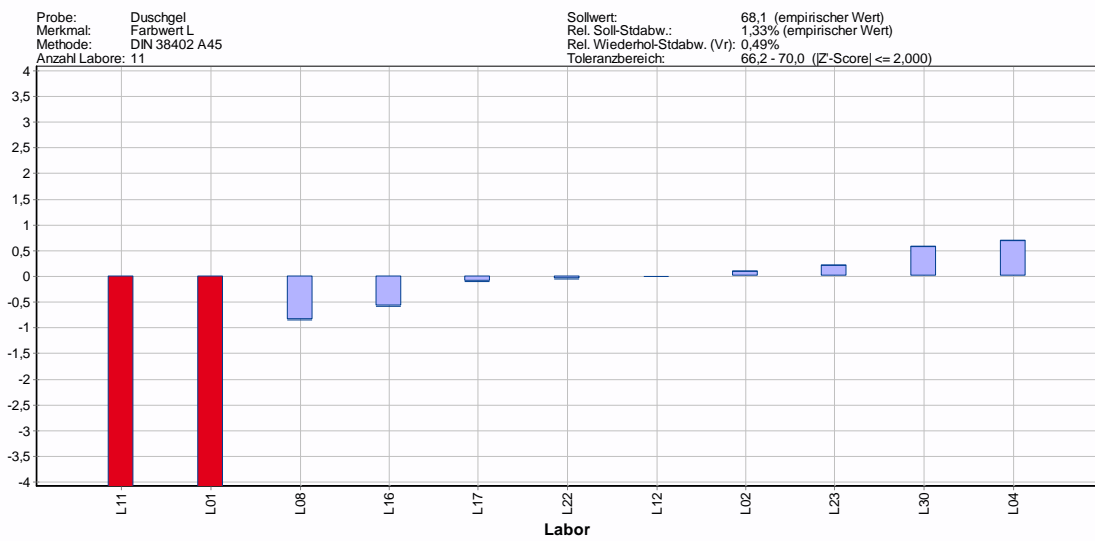


Abbildung 15: Farbwert L*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert a*

Zur Bestimmung des Farbwertes a* wurden folgende Vorgaben gemacht: direkte Messung bei 20°C in 1mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter a* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 18,0, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 6,56 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,79 %.

Tabelle 7: Messwerte Farbwerte a*

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

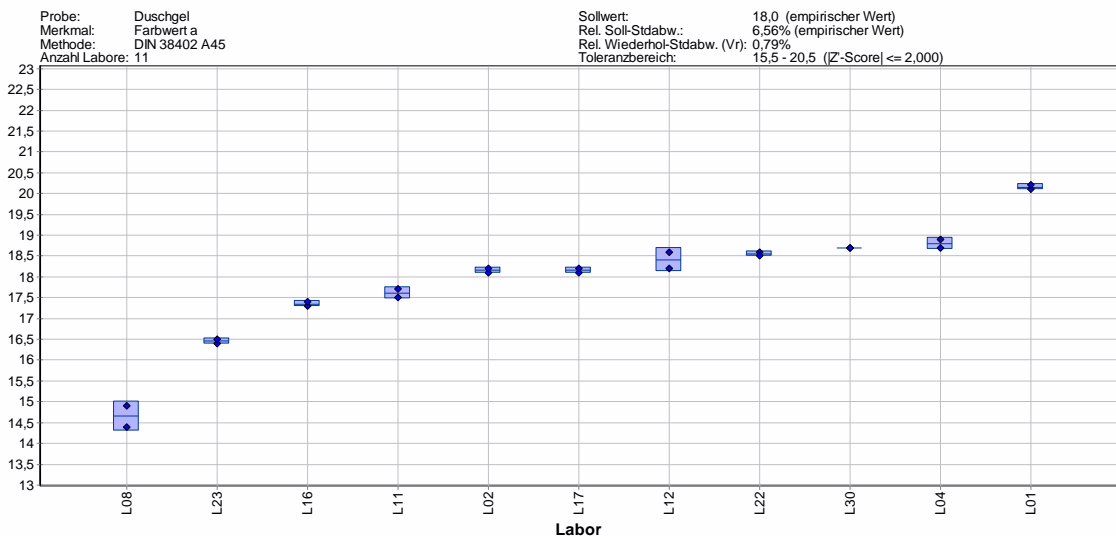


Abbildung 16: Farbwert a*, graphische Darstellung der Messwerte

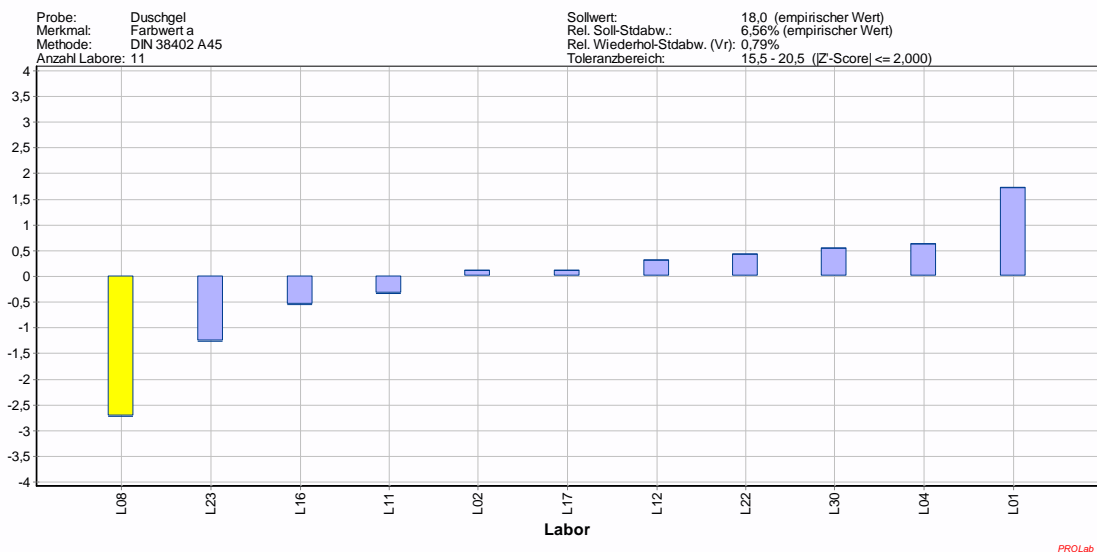


Abbildung 17: Farbwert a*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Duschgel, Ergebnisübersicht Farbwert b*

Zur Bestimmung des Farbwertes b* wurden folgende Vorgaben gemacht: direkte Messung bei 20°C in 1mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter b* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt -18,3, die rel. Vergleichsstandardabweichung ist 7,1%, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,11 %.

Tabelle 8: Messwerte Farbwert b*

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

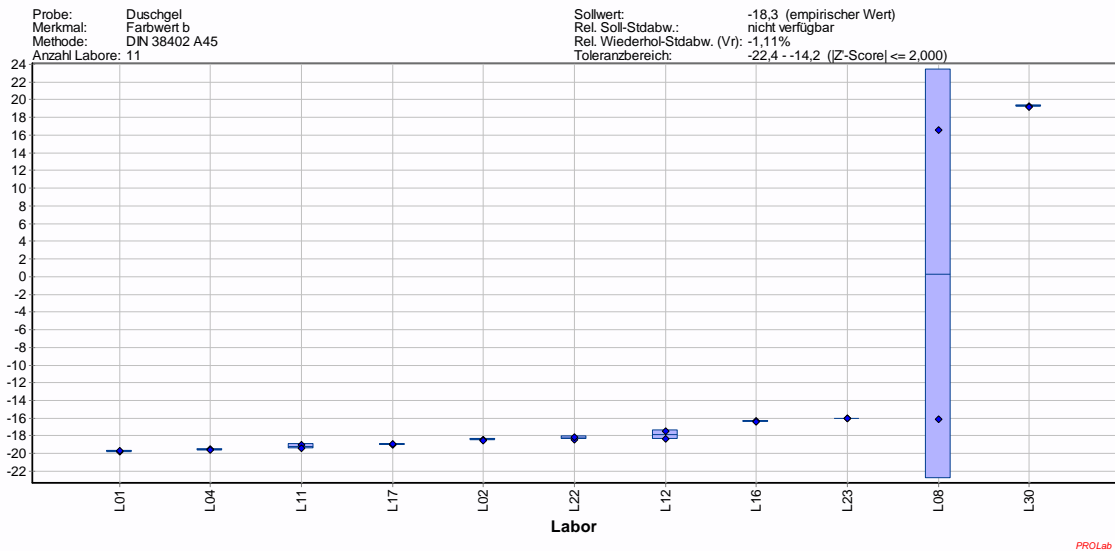


Abbildung 18: Farbwert b*, graphische Darstellung der Messwerte

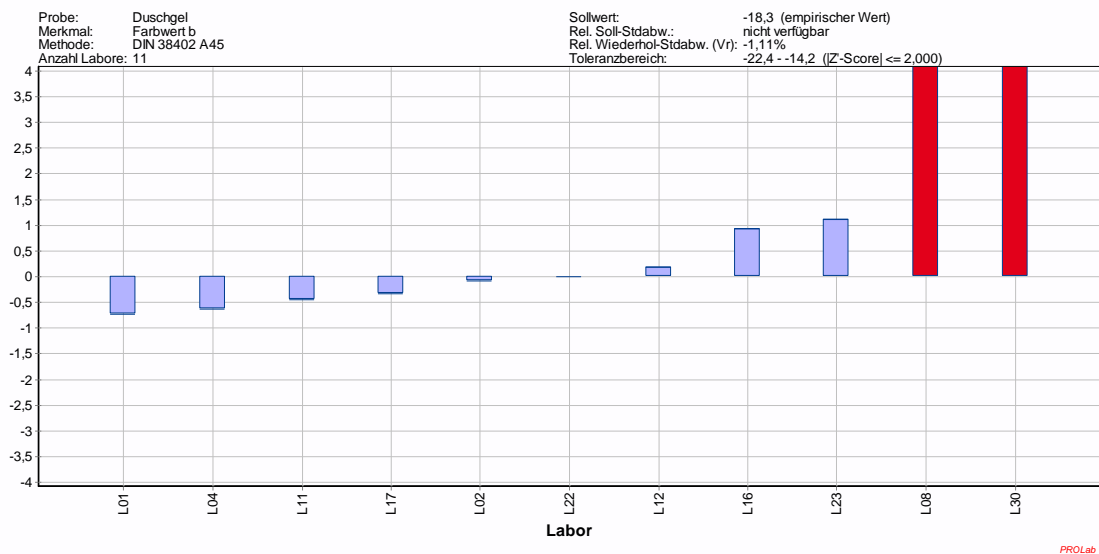


Abbildung 19: Farbwert b*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

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

pH-Wert

Errechneter Sollwert 5,49; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,78 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,54 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 28 Laboratorien teilgenommen, 27 waren erfolgreich

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

Dichte

Errechneter Sollwert 1,0317 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,07 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 24 Laboratorien teilgenommen, 23 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. Dies betrifft im vorliegenden Ringversuch Labor 18, das ein Pyknometer zur Dichtebestimmung verwendete.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,3656; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,03 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 24 Laboratorien teilgenommen, 22 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Labor 08 hat hier mutmaßlich einen Übertragungsfehler bei der Angabe eines der Ergebnisse gemacht.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 22,4 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,54 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,10 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Die Vergleichsstandardabweichung liegt in einem für diesen Parameter guten Bereich. Lediglich Labor 03 liegt knapp außerhalb des Toleranzbereiches von $Z' \pm 2$.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 75,4 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,82 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,43 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 17 Laboratorien teilgenommen, 16 waren erfolgreich.

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

Farbwert L*

Errechneter Sollwert 68,1; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,33 %, rel.



Wiederholstandardabweichung 0,49 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien teilgenommen, 9 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte $L^*a^*b^*$ wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen. Zwei Labore gaben hier deutlich zu kleine Werte ab.

Farbwert a^*

Errechneter Sollwert 18,0; rel. Vergleichsstandardabweichung 6,56 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,79 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien teilgenommen, 10 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte $L^*a^*b^*$ wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen.

Farbwert b^*

Errechneter Sollwert -18,3; rel. Vergleichsstandardabweichung 7,10 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,11 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien teilgenommen, 9 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte $L^*a^*b^*$ wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen. Labor 08 hat mit hoher Wahrscheinlichkeit bei einem der abgegebenen Werte einen Vorzeichenfehler gemacht, Labor 30 bei beiden.

Hazen Farbzahl

Die Probe erwies sich als ungeeignet zur Bestimmung der Hazen-Farbzahl nach APHA, der Farbwert überschritt den kalibrierbaren Bereich. Aus diesem Grund wird der Parameter Hazen-Farbzahl nicht gewertet.



Duschgel, Ergebnisübersicht Rheologie

Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 2793 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 12,71 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,66 %.

Tabelle 9: 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)	3417	2925	2422					5	2887						2566
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (mPa s)	2844	2910			2961	2600						2619	2660		

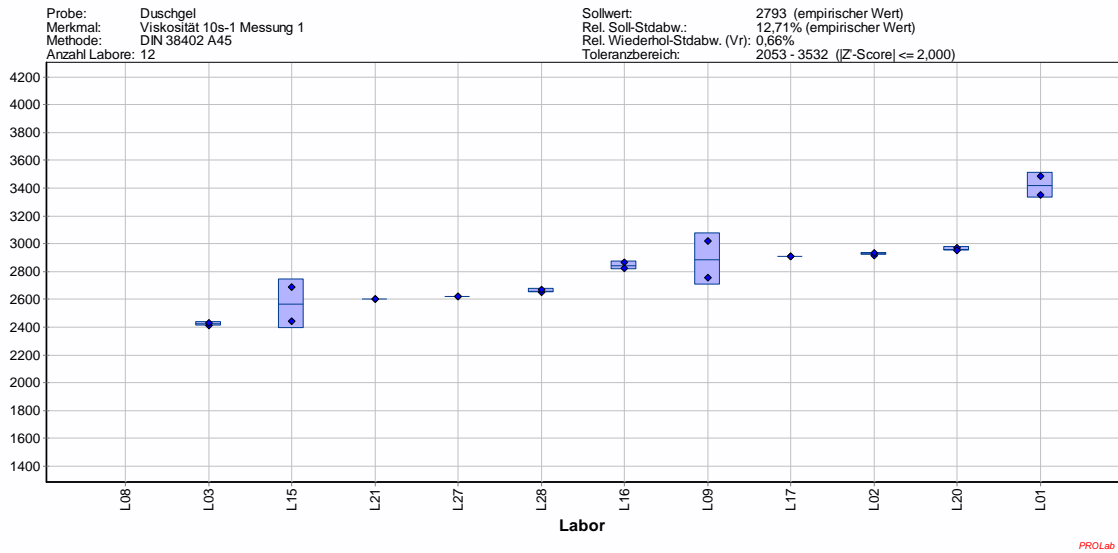


Abbildung 20: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

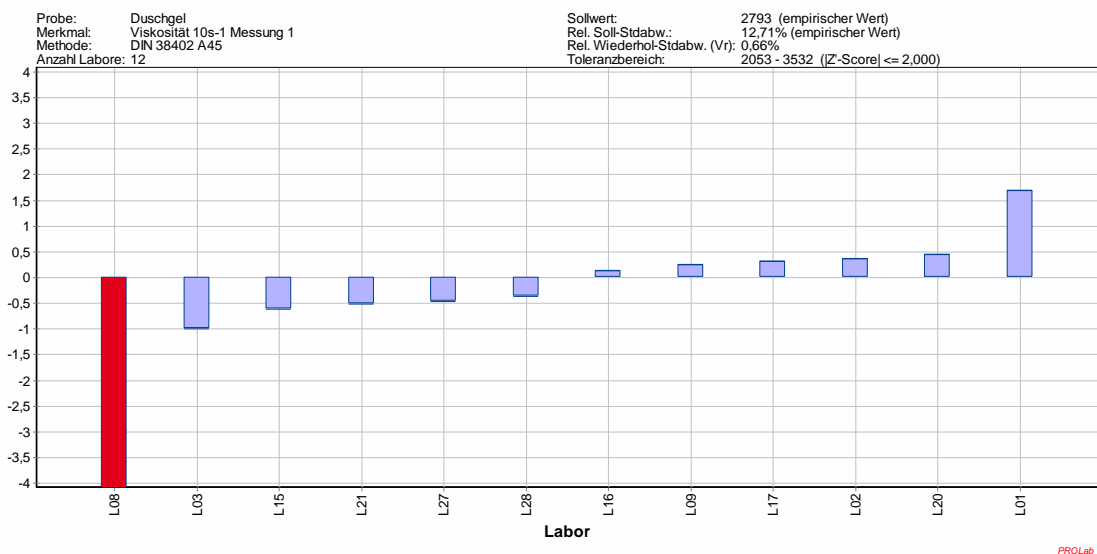


Abbildung 21: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 2616 mPa s, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 7,68 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,76 %.

Tabelle 10: 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)	3253	2651	2507					4	2634						2361
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)	2713	2605			2726	2610						2473			

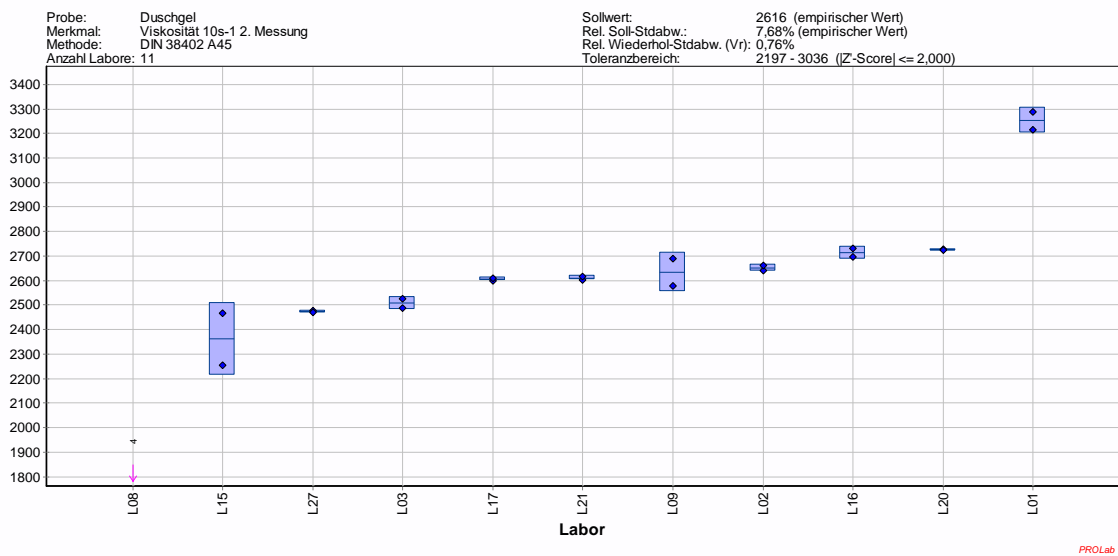


Abbildung 22: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

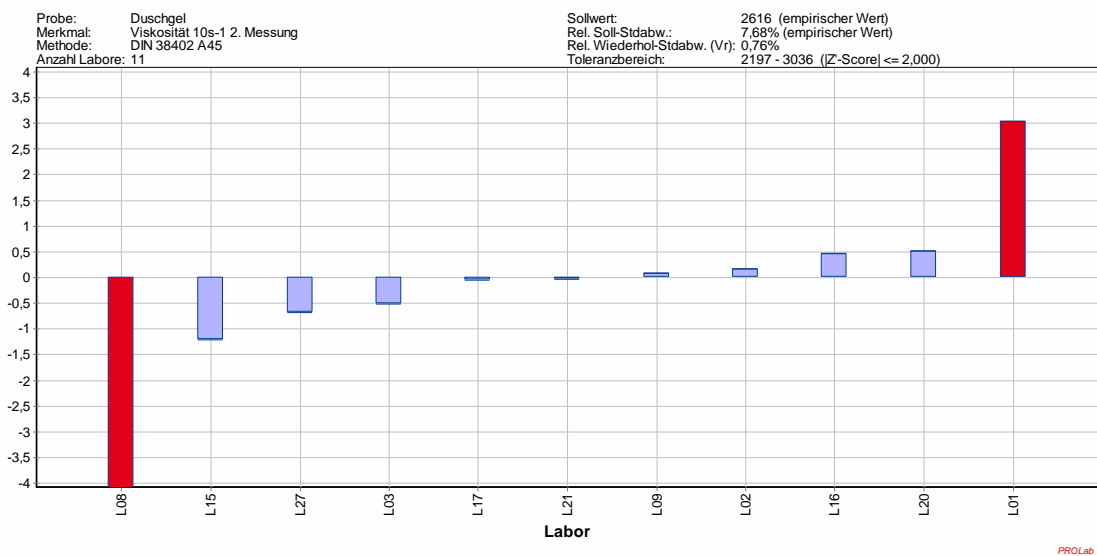


Abbildung 23: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 2795 mPa s, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 13,66 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,29 %.

Tabelle 11: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ (2. Messung) nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)	2664	3000	2686					4	2943						2542
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)	2863	2930			3052	2630						2639			

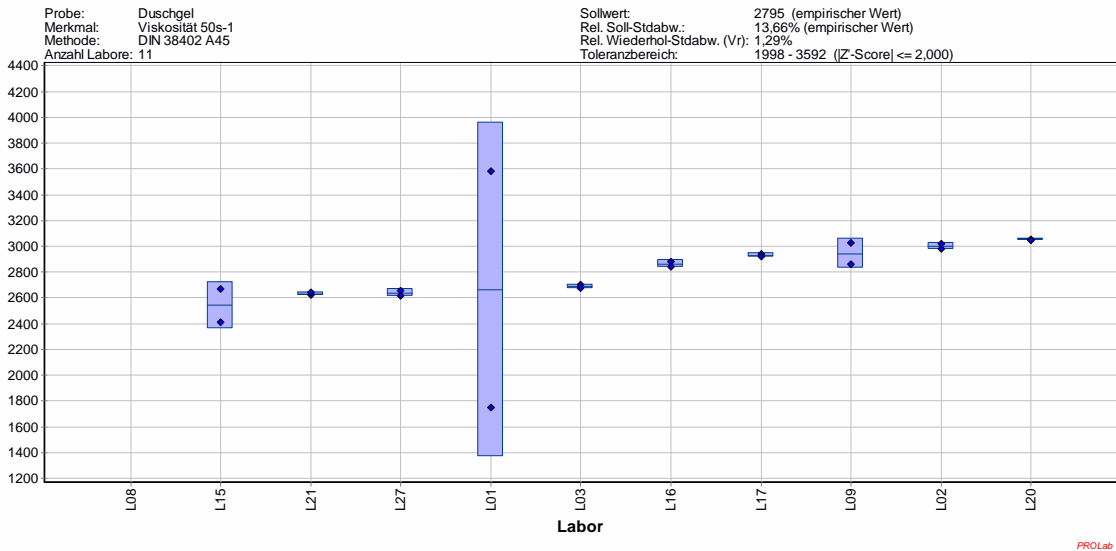


Abbildung 24: Viskosität (10 s⁻¹, 2. Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

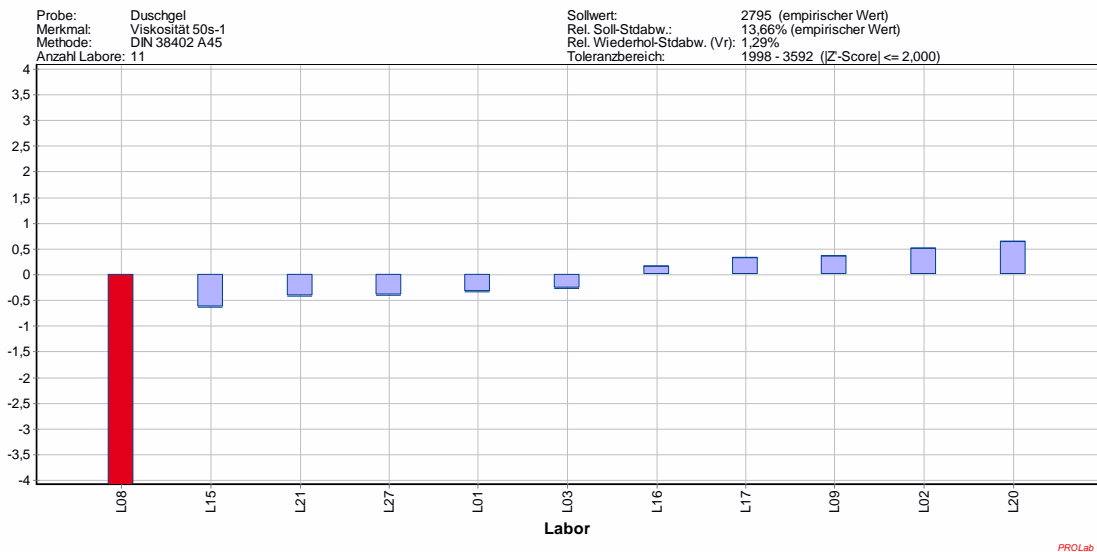


Abbildung 25: Viskosität (10 s⁻¹, 2. Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität eines Duschgels 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 des Duschgels aufgeführt.

Lab Nr.	Viskosität / mPa s					
	10 / s ⁻¹		50 / s ⁻¹		10 / s ⁻¹	
1	3352	3483	3289	3216	3581	1747
2	2917	2932	2641	2660	2982	3018
3	2410	2433	2489	2525	2699	2673
8	4	5	3	4	4	4
9	3018	2756	2690	2578	3024	2862
15	2690	2442	2466	2256	2669	2414
16	2866	2822	2731	2695	2884	2842
17	2910	2910	2600	2610	2940	2920
20	2970	2952	2728	2723	3055	3049
21	2600	2600	2604	2616	2620	2640
27	2619	2619	2477	2469	2659	2619

Es haben elf Ringversuchsteilnehmer Ergebnisse abgegeben. Davon haben acht Teilnehmer nach der DIN-Vorgabe gemessen, drei Teilnehmer haben Geräte verwendet, mit denen üblicherweise Relativmessungen durchgeführt werden.

Bei diesen Laboren und denen, die keine Angabe zur Messgeometrie gemacht haben geht die Fachgruppe von einer korrekten Durchführung aus, die abgegebenen Werte fließen in die Auswertung ein.

Ein Teilnehmer (L08) hat zwar eine DIN-Messung durchgeführt, jedoch vermutlich das Ergebnis nicht in mPas sondern in Pas angegeben.

Das Labor (L01) hat die Wiederholungsmessung jeweils mit unterschiedlicher Messgeometrie durchgeführt. Aufgrund des enormen Unterschiedes zwischen den Wiederholungsmessungen der 2. Messung bei 10s⁻¹ wird dieser Wert als falsch gewertet.

Die Wiederhol-Standardabweichung der einzelnen Messwerte zeigen eine gute Reproduzierbarkeit. Die 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.



Duschgel, Ergebnisübersicht Chlorid

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

Den Parameter Chloridgehalt bestimmten 16 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,80 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,93 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,66 %.

Tabelle 12: Messwerte Chloridgehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,79	0,80	0,82	0,81		0,81				0,80	0,72	0,46			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)	0,79	0,80					0,78	0,80	0,80		0,80		0,86		0,80

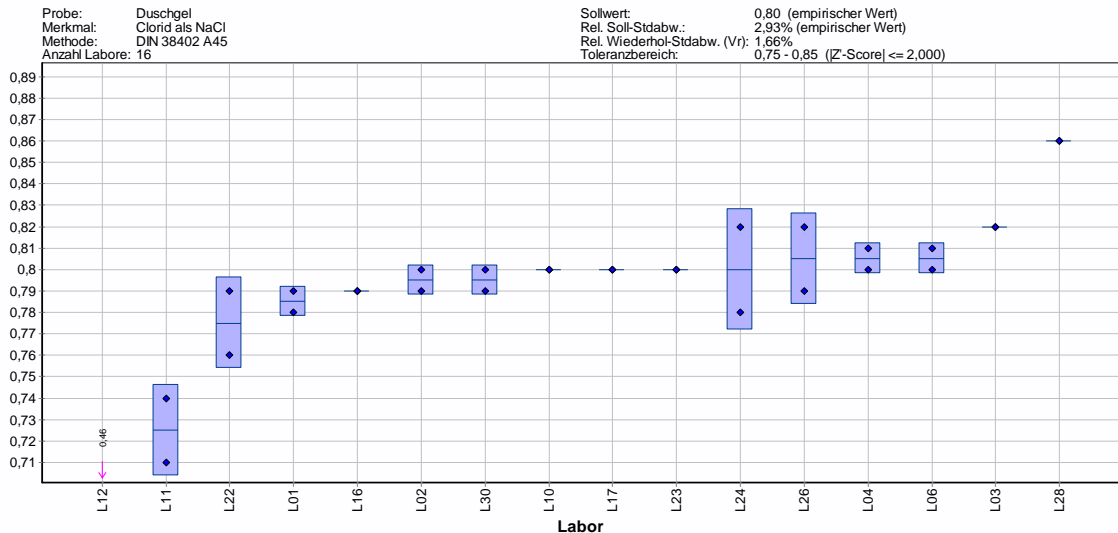


Abbildung 26: Chloridgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

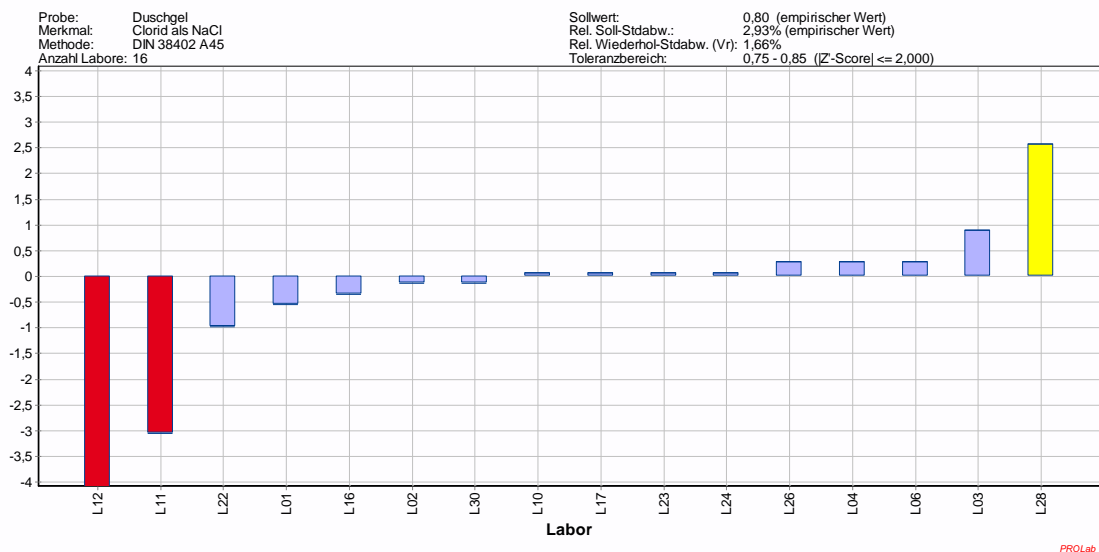


Abbildung 27: Chloridgehalt, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Duschgel, Ergebnisübersicht Methylisothiazolinongehalt

Zur Bestimmung des Methylisothiazolinongehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in mg/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Methylisothiazolinongehalt bestimmten 10 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 9,32 mg/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5,32 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,50 %.

Tabelle 13: Messwerte Methylisothiazolinongehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mg/100g)	9,66		0,01	9,17						9,19					
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (mg/100g)	9,15	7,79		9,50			9,45	9,73				9,41			

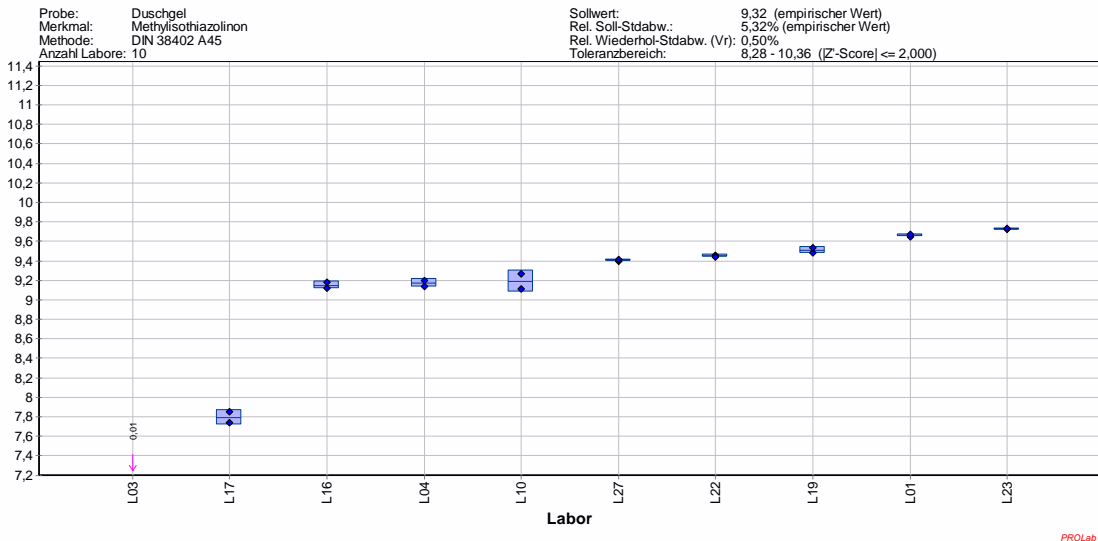


Abbildung 28: Methylisothiazolinongehalt, graphische Darstellung der Messwerte

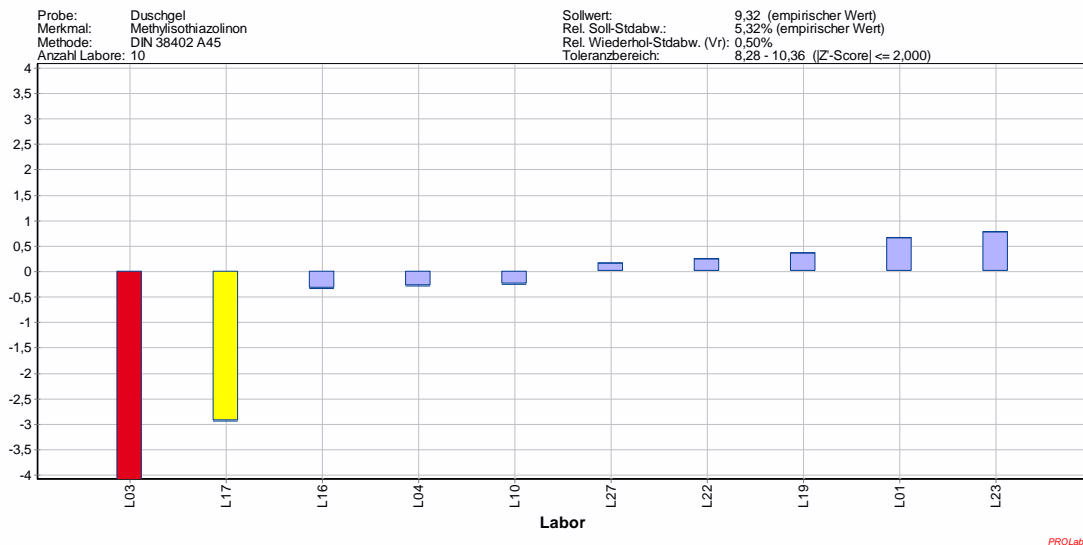


Abbildung 29: Methylisothiazolinongehalt, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Duschgel, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol

Zur Bestimmung des Phenoxyethanolgehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisanzeige in g/100g mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Phenoxyethanolgehalt bestimmten 12 Labore. Der errechnete Labormittelwert beträgt 0,84 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,33 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,38 %.

Tabelle 14: Messwerte Phenoxyethanol

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)			0,92	0,81						0,81		0,82			0,81
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (g/100g)	0,85	0,83		0,83			0,84	0,86	0,81			0,95			

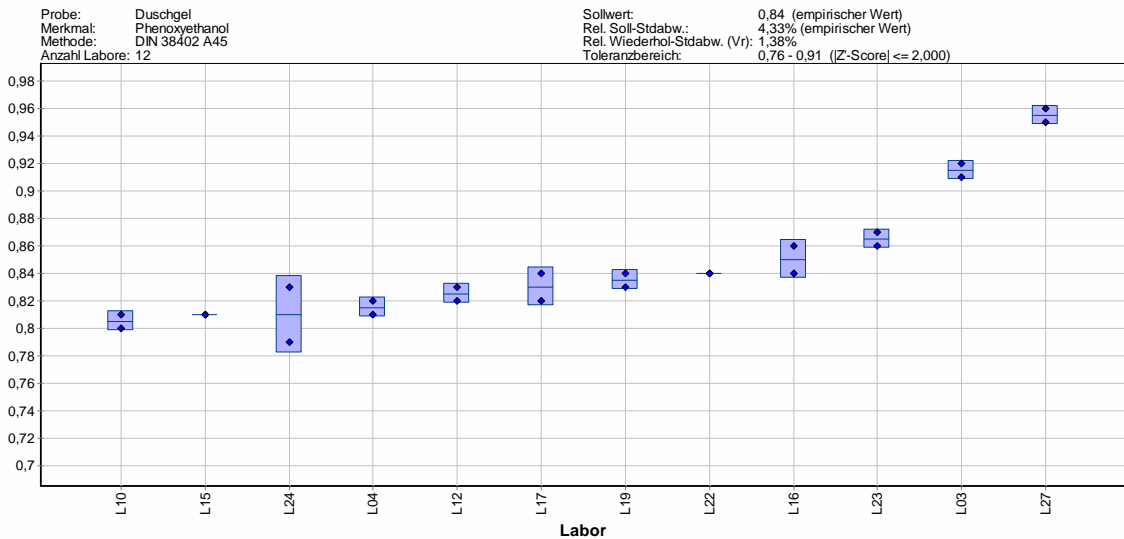


Abbildung 30: Phenoxyethanolgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

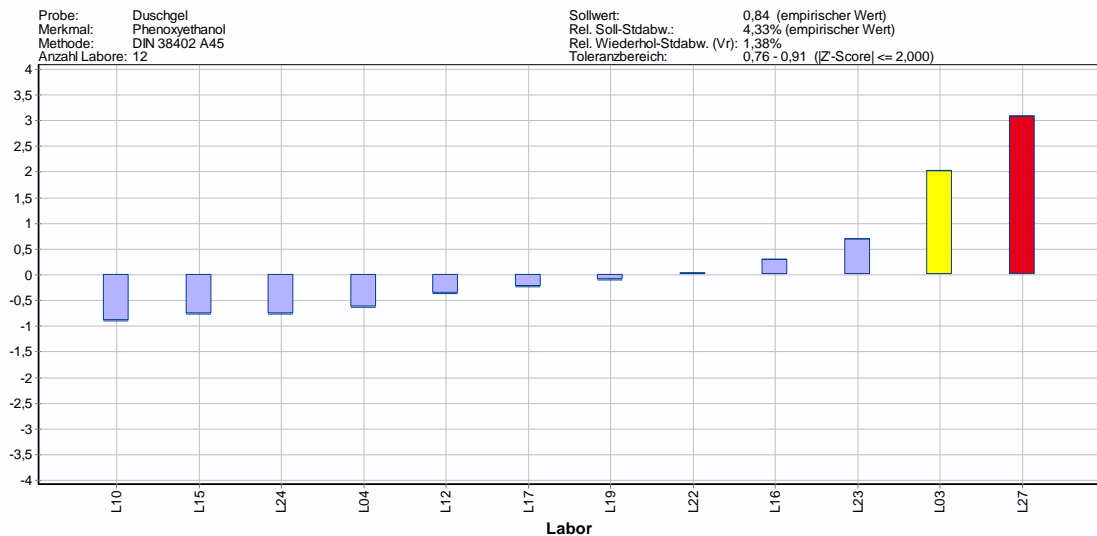


Abbildung 31: Phenoxyethanolgehalt, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe des Duschgels

Chlorid

Errechneter Sollwert 0,80 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,93 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,66 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 16 Laboratorien teilgenommen, 13 waren erfolgreich.

Kommentar der Fachgruppe: Die Vergleichsstandardabweichung ist mit 3% als gut anzusehen. Labor 08 hat hier vermutlich die Ergebnisse nicht wie gefordert als NaCl, sondern als Cl angegeben.

Methylisothiazolinon

Errechneter Sollwert 9,32 mg/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 5,32 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,50 %.

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

Kommentar der Fachgruppe: Labor 03 hat hier möglicherweise eine Angabe in g/100g statt der geforderten mg/100g gemacht, was die sehr hohe Abweichung dieses Labors erklären könnte.

Phenoxyethanol

Errechneter Sollwert 0,84 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,33 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,38 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 12 Laboratorien teilgenommen, 10 waren erfolgreich.

Kommentar der Fachgruppe: Die Vergleichsstandardabweichung liegt in einem für diesen Parameter guten Bereich.

UV-Filter

Die in diesem Produkt als Stabilisatoren eingesetzten UV-Filter Butylmethoxydibenzoylmethan, Ethylhexylmethoxycinnamat und Ethylhexylsalicylat waren in Konzentrationen nahe der Nachweisgrenze der 5 teilnehmenden Labore eingesetzt und können deshalb nicht gewertet werden.

Natriumlaurylethersulfat (SLES)

Hier wurde von Seiten der Fachgruppe versäumt, ein zu benutzendes Molekulargewicht für SLES vorzugeben, so dass Teilnehmer mit unterschiedlichen Molekulargewichten auswerteten. Aus diesem Grunde kann der Parameter SLES leider nicht gewertet werden.



Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht pH-Wert

Zur Bestimmung des pH-Wertes wurden folgende Vorgaben gemacht: 0,5 Gew-% in VE-Wasser, 20°C; Ergebnisangabe mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter pH-Wert bestimmten 26 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 4,60; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,99 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,44 %.

Tabelle 15: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	4,65	4,64	4,42	4,71	4,65	4,63	4,55	5,04	4,71	4,59	4,64	4,60	4,56		4,61
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
pH-Wert	4,63	4,58	4,40				4,62	4,46	4,62	4,68	4,56	4,70	4,42	4,55	4,58

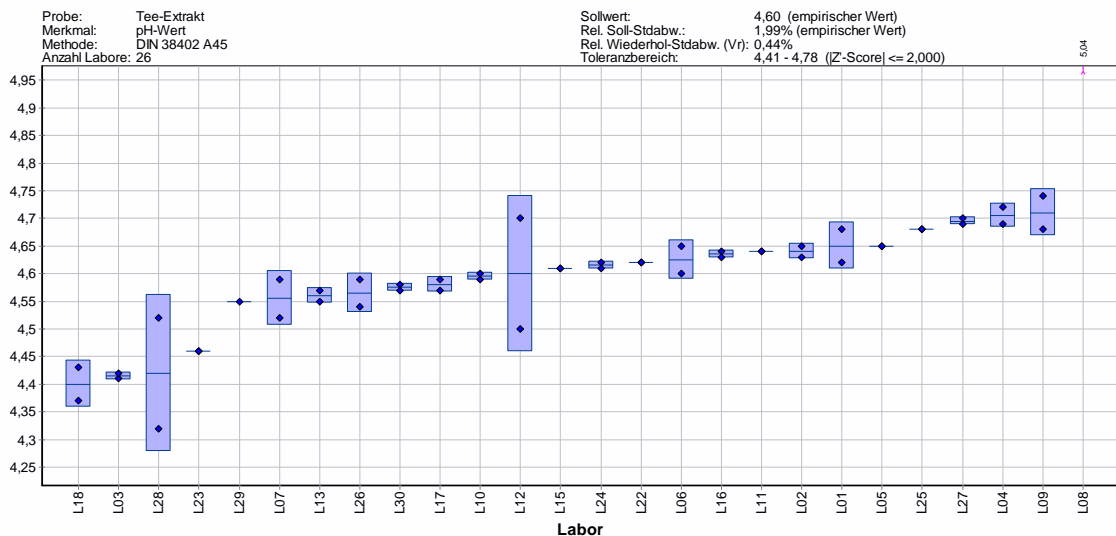


Abbildung 32: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

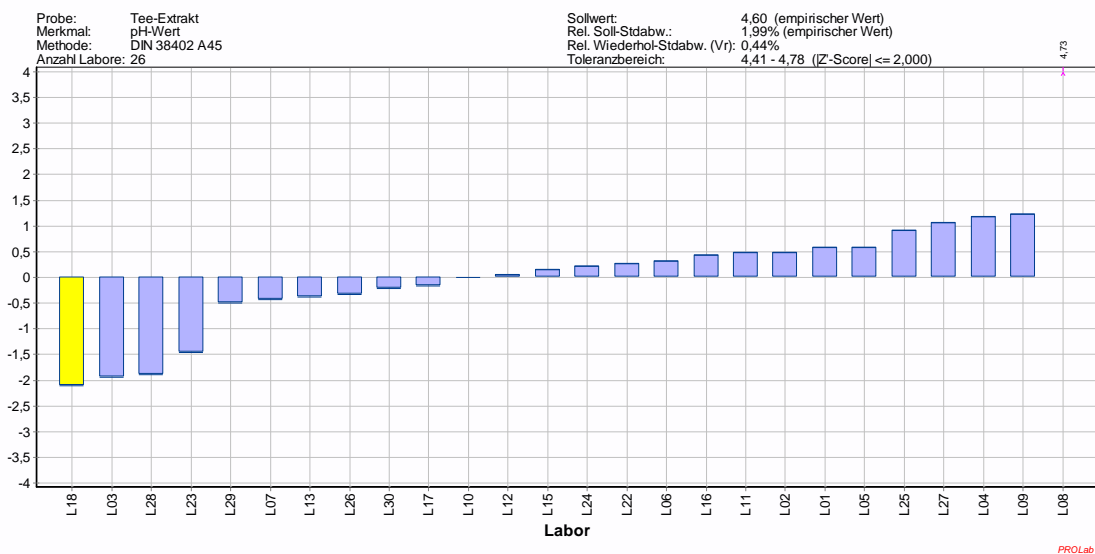


Abbildung 33: pH-Wert, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Wassergehalt

Zur Bestimmung des Wassergehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Karl-Fischer (Methanol/Formamid 2:1, 50°C); Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 10 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 3,1 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 18,39 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 5,11 %.

Tabelle 16: Messwerte Wasser-Gehalt

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

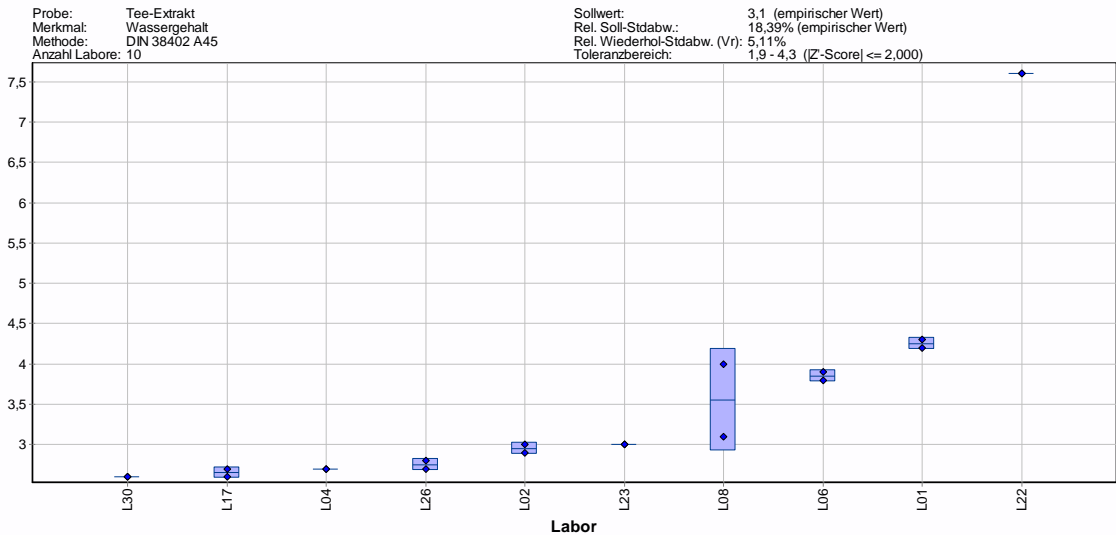


Abbildung 34: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

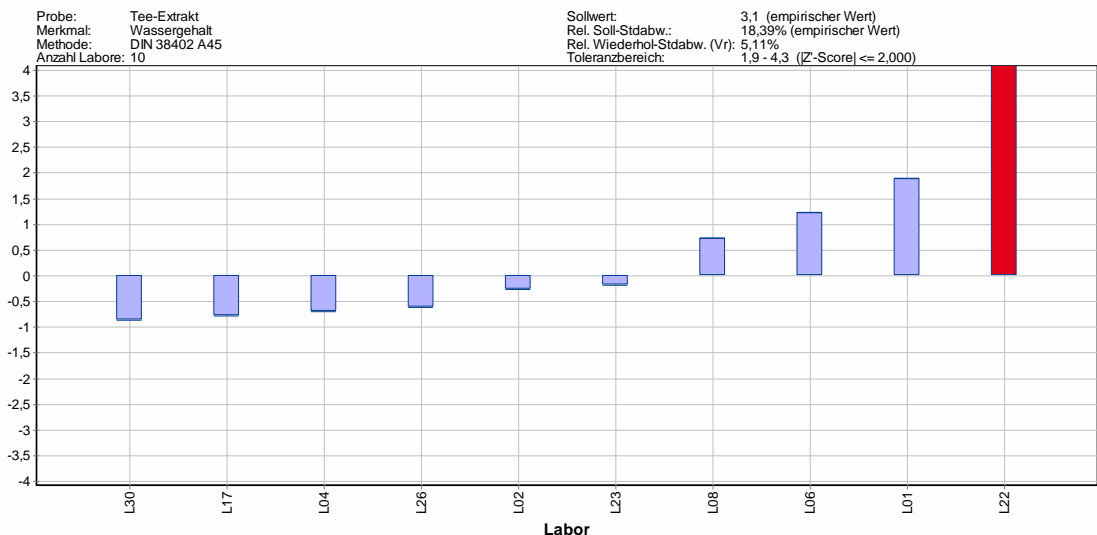


Abbildung 35: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert L*

Zur Bestimmung des Farbwertes L* wurden folgende Vorgaben gemacht: 0,5 Gew.-% in VE-Wasser bei 20°C in 11 mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter L* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 85,5, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 7,32 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,27 %.

Tabelle 17: Messwerte Farbwerte L*

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert	79,8	78,7		88,3				85,3			83,5	86,7			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert	91,7	87,2					92,6	88,3							77,8

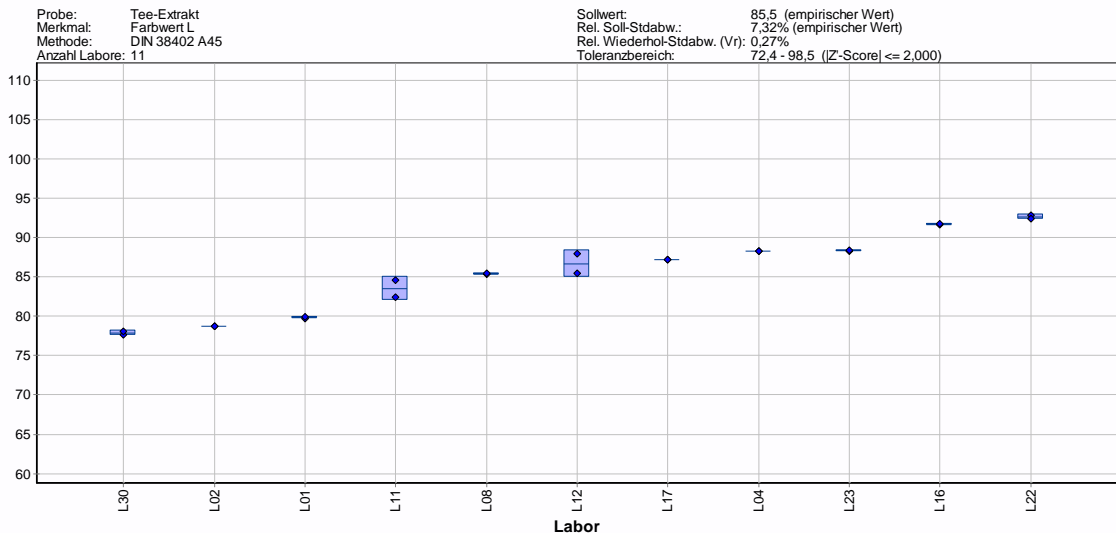


Abbildung 36: Farbwert L*, graphische Darstellung der Messwerte

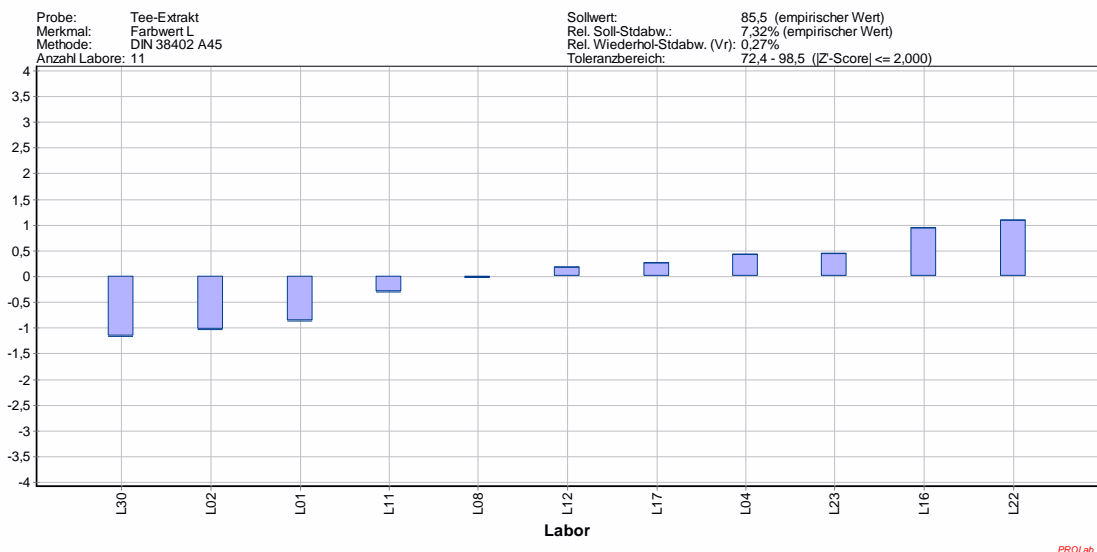


Abbildung 37: Farbwert L*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert a*

Zur Bestimmung des Farbwertes a* wurden folgende Vorgaben gemacht: 0,5 Gew.-% in VE-Wasser bei 20°C in 11 mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter a* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 18,0, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 6,56 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,79 %.

Tabelle 18: Messwerte Farbwerte a*

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

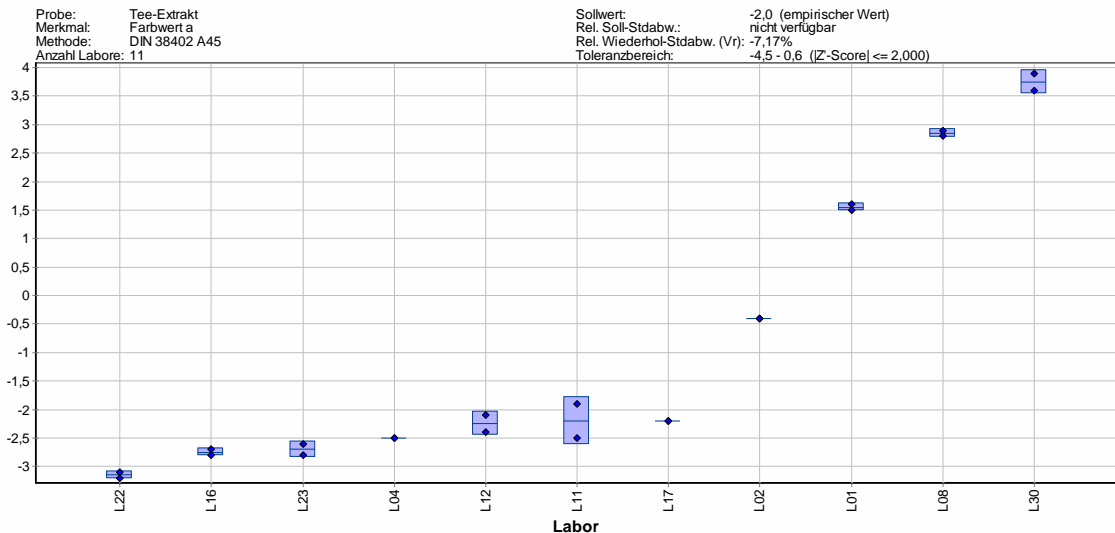


Abbildung 38: Farbwert a*, graphische Darstellung der Messwerte

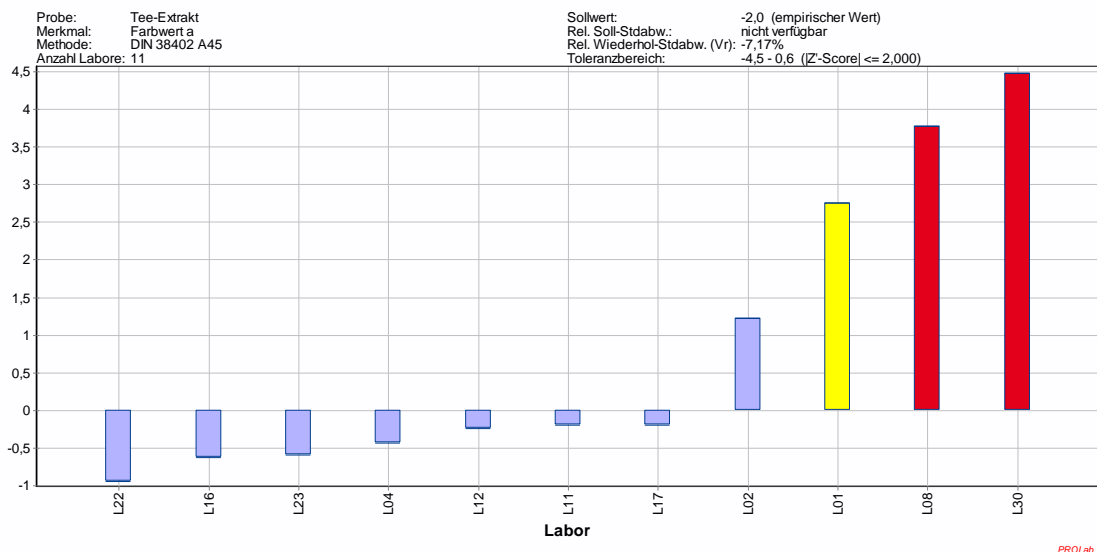


Abbildung 39: Farbwert a*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Farbwert b*

Zur Bestimmung des Farbwertes b* wurden folgende Vorgaben gemacht: 0,5 Gew.-% in VE-Wasser bei 20°C in 11 mm Rundküvette; Ergebnisangabe mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter b* bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 41,4, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9,32%, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,83 %.

Tabelle 19: Messwerte Farbwert b*

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert	47,0	42,3		41,9				41,9			34,2	43,2			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert	39,2	42,6					37,0	42,9							69,4

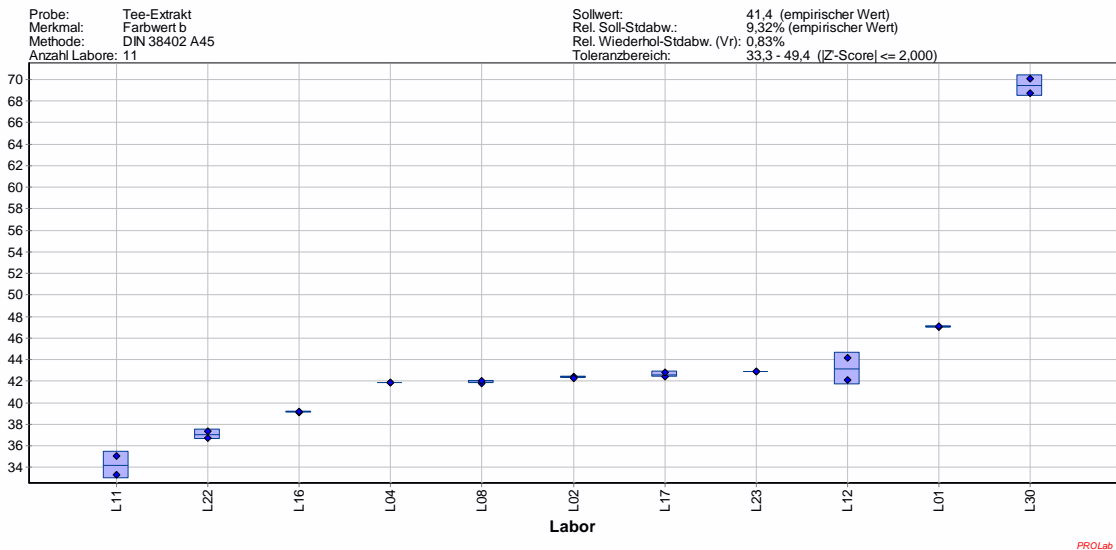


Abbildung 40: Farbwert b*, graphische Darstellung der Messwerte

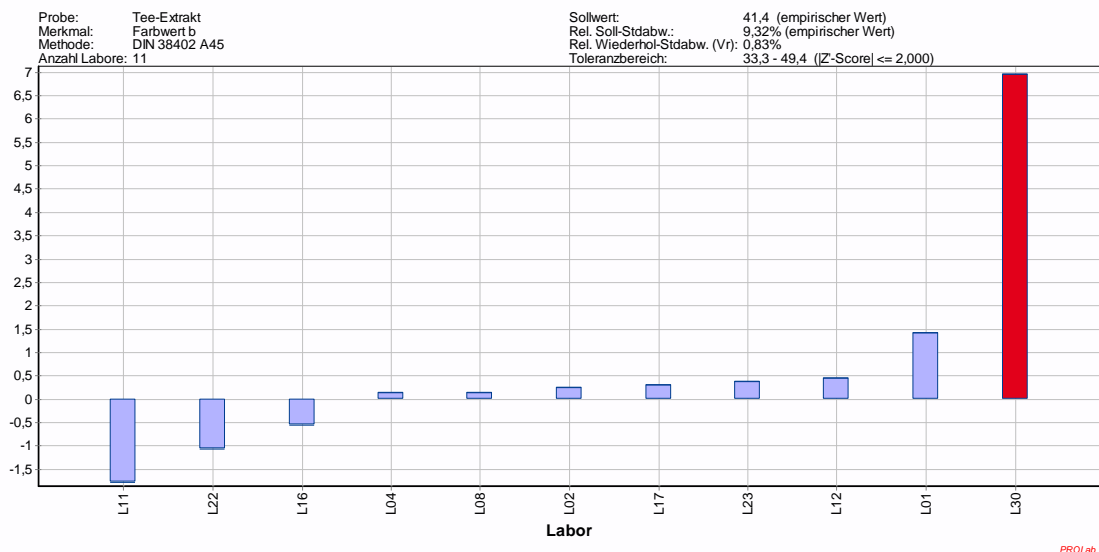


Abbildung 41: Farbwert b*, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer



Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Trübung

Zur Bestimmung des Hazen Farbzahl wurden folgende Vorgaben gemacht: 0,5 Gew.-% in dest. Wasser, 20°C, nephelometrische Messung, 90° Streulicht [NTU].

Den Parameter Trübung bestimmten 6 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 34 NTU, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 42,66 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 7,16 %.

Tabelle 20: Messwerte Trübung

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (NTU)	41	23		27											
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Messwert (NTU)	51						37					28			

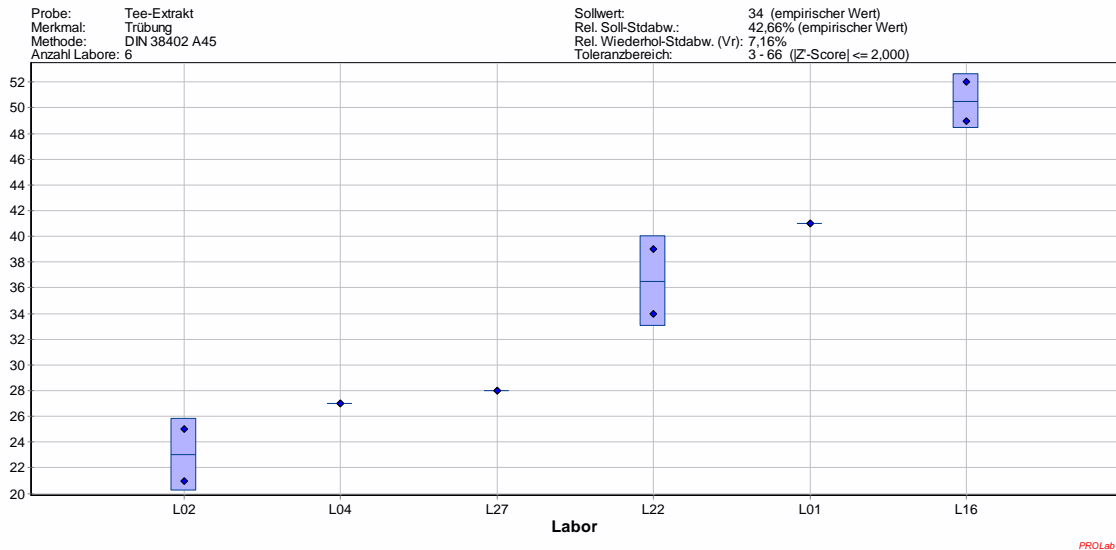


Abbildung 42: Trübung, graphische Darstellung der Messwerte

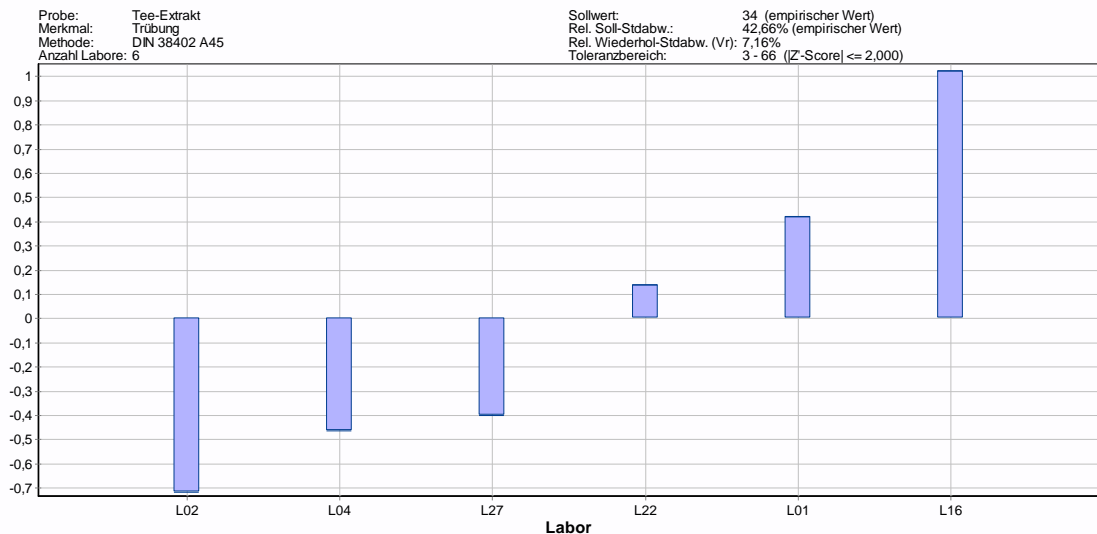


Abbildung 43: Trübung, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Tee-Extrakt, Ergebnisübersicht Koffein

Zur Bestimmung des Gehaltes an Koffein wurden folgende Vorgaben gemacht: MG=382g/mol, Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Koffein bestimmten 9 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 7,7 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 14,98 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,75 %.

Tabelle 21: Messwerte Koffein

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

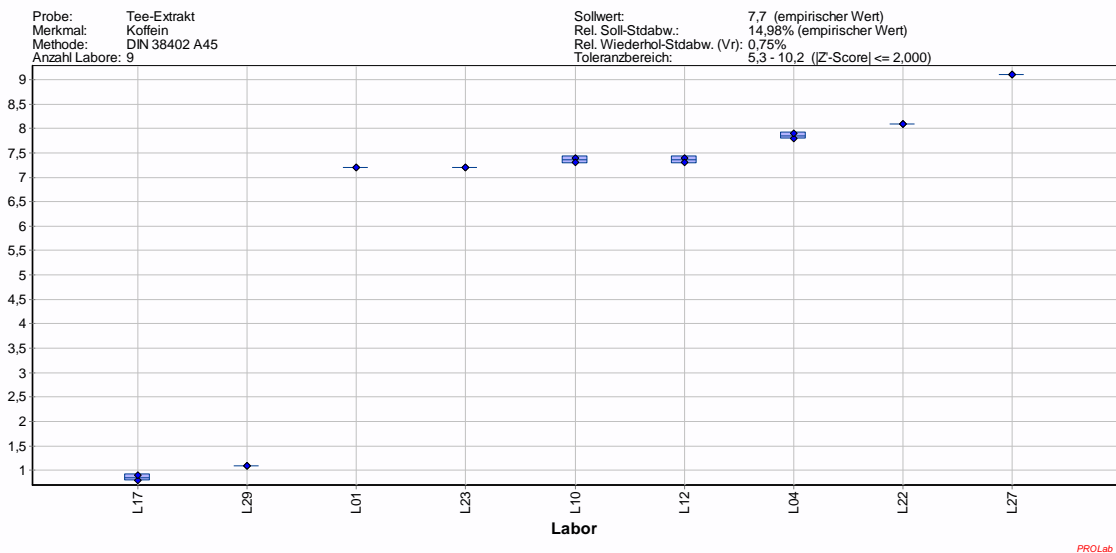


Abbildung 44: Koffein, graphische Darstellung der Messwerte

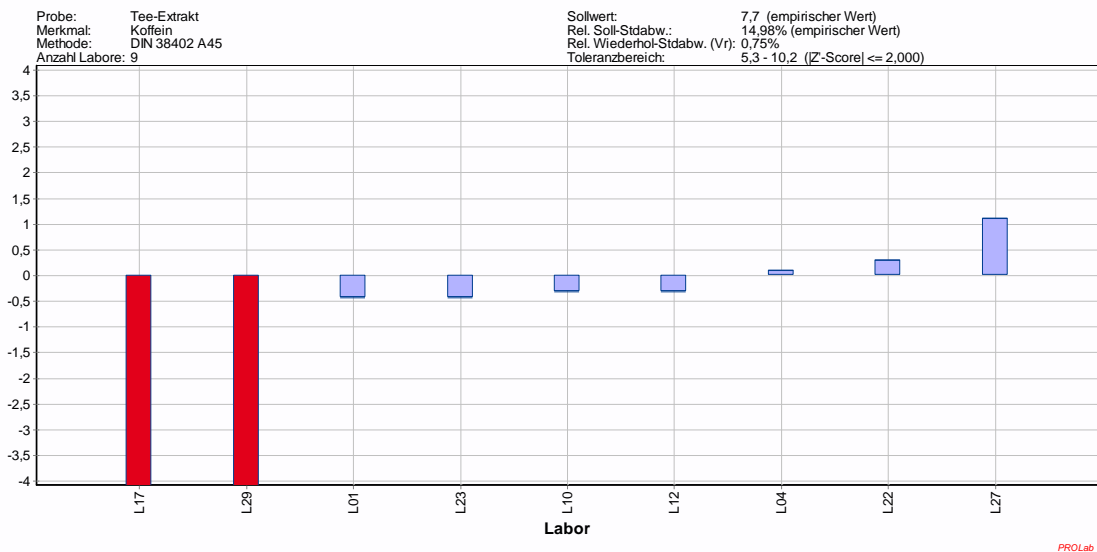


Abbildung 45: Koffein, graphische Darstellung der Z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zur Tee-Extrakt-Analytik.

pH

Errechneter Sollwert 4,60; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,99 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,44 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 26 Laboratorien teilgenommen, 24 waren erfolgreich

Kommentar der Fachgruppe: Die Vergleichsstandardabweichung liegt mit 2% im für eine wässrige Lösung üblichen Rahmen. Labor 08 misst deutlich zu hohe Werte, und bei den Laboren 12 und 28 zeigt sich eine ungewöhnlich hohe Abweichung zwischen den beiden Messwerten. Offensichtliche Gründe hierfür konnten nicht gefunden werden.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 3,1 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 18,39 %, rel. Wiederholstandardabweichung 5,11 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 10 Laboratorien teilgenommen, 9 waren erfolgreich

Die Vergleichsstandardabweichung von 18% wird von der Fachgruppe als außergewöhnlich hoch für diesen Parameter bewertet. Dies mag eine Folge der vorgegebenen ungewöhnlichen Methode (Messung bei 50°C) sein. Labor 22 hat einen deutlich zu hohen Wert angegeben, dieses Labor hat bei Raumtemperatur gemessen.

Farbwert L*

Errechneter Sollwert 85,5; rel. Vergleichsstandardabweichung 7,32 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,27 %.

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

Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte L*a*b* wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen.

Farbwert a*

Errechneter Sollwert -2,0; *absolute* Vergleichsstandardabweichung 1,2; *relative* Vergleichsstandardabweichung 60 %, rel. Wiederholstandardabweichung 7,17 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte L*a*b* wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen. Die sehr hohe *relative* Vergleichsstandardabweichung kann hier nicht als Maß für die Streuung der Messwerte zwischen den Laboren angesehen werden, da es sich bei den Farbwerten a* und b* um Parameter handelt, die sowohl positiv als auch negativ und somit auch Null werden können.

Möglicherweise haben die Labore 08 und 30 hier wie schon bei der Farbmessung des Duschgels Ergebnisse mit falschem Vorzeichen abgegeben, aufgrund des nahe bei Null liegenden Sollwertes lässt sich dies jedoch nur mutmaßen.

Farbwert b*

Errechneter Sollwert 41,4; rel. Vergleichsstandardabweichung 9,32 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,83 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 11 Laboratorien teilgenommen, 10 waren erfolgreich.



Anmerkung der Fachgruppe: Farbwerte $L^*a^*b^*$ wurden erstmals in einem Ringversuch abgefragt, so dass keine historischen Vergleichsstandardabweichungen vorliegen. Labor 30 hat einen deutlich zu hohen Wert abgegeben, hier nicht in einem Vorzeichenfehler begründet.

Allgemeine Bemerkung der Fachgruppe zur Farbwertbestimmung:

Die Kalibrierung ist ausschlaggebend für das Ergebnis, wobei mindestens ein mal pro Tag kalibriert werden sollte. Ebenso sind die Kalibrierstandards nur endlich haltbar, obwohl eine Kachel (und nicht eine Flüssigkeit). Sie sollten regelmäßig ausgetauscht werden und das Gerät sollte die übliche jährliche Wartung durch den Service erhalten.

Hazen Farbzahl

Auch diese Probe erwies sich trotz Verdünnung als ungeeignet zur Bestimmung der Hazen-Farbzahl nach APHA, der Farbwert überschritt den kalibrierbaren Bereich. Aus diesem Grund wird der Parameter Hazen-Farbzahl nicht gewertet.

Methanol

Für den Parameter Methanol gaben 3 der 5 teilnehmenden Labore Werte an der Nachweisgrenze an. Auch dieser Parameter kann deshalb nicht gewertet werden.



Zusammenfassung / Schlussfolgerungen

Die Fachgruppe Analytik konnte die Erfahrungen von bisher 16 Ringversuchen in 17 Jahren nutzen.

Insgesamt können diesmal 23 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 Vorzeichenfehler
- Offensichtlich nicht sinnvolle Ergebnisse, z.B. Angabe einer Viskosität von 2 mPas für ein Duschgel
- 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
- Einhaltung der vorgegebenen Einheiten oder Messparameter, z.B. Angaben in mg/100g statt g/100g oder Natriumchlorid statt Chlorid

Der Ringversuch 2020 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

März 2020

Lothar Gehm und Björn Klotz

Anhang

Zusammengefasste Ergebnisse der teilnehmenden Labore.

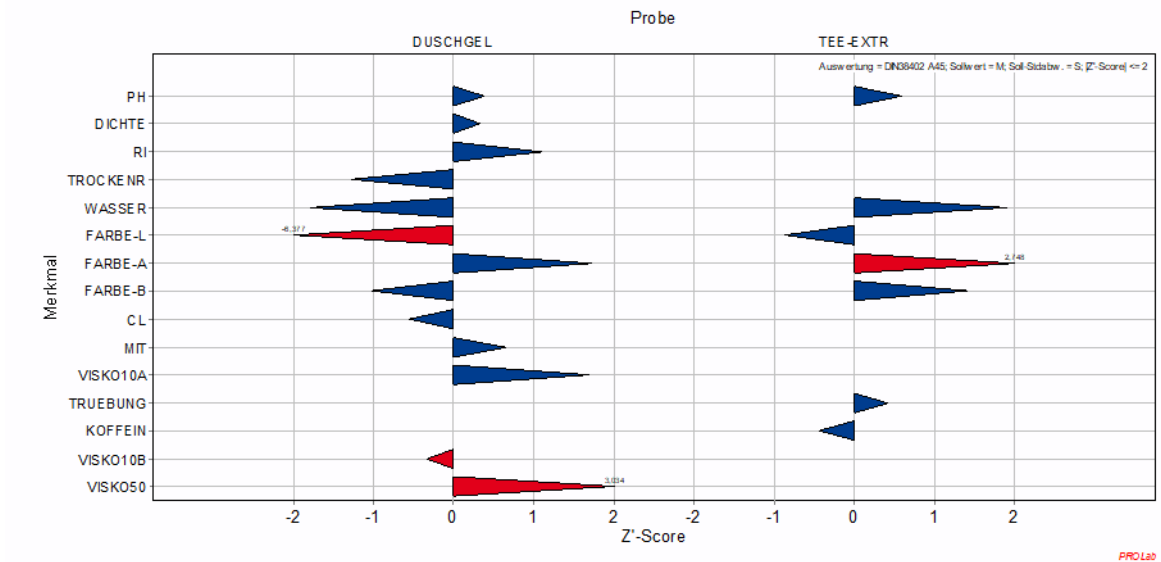


Abbildung 46: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 01 (bestanden)

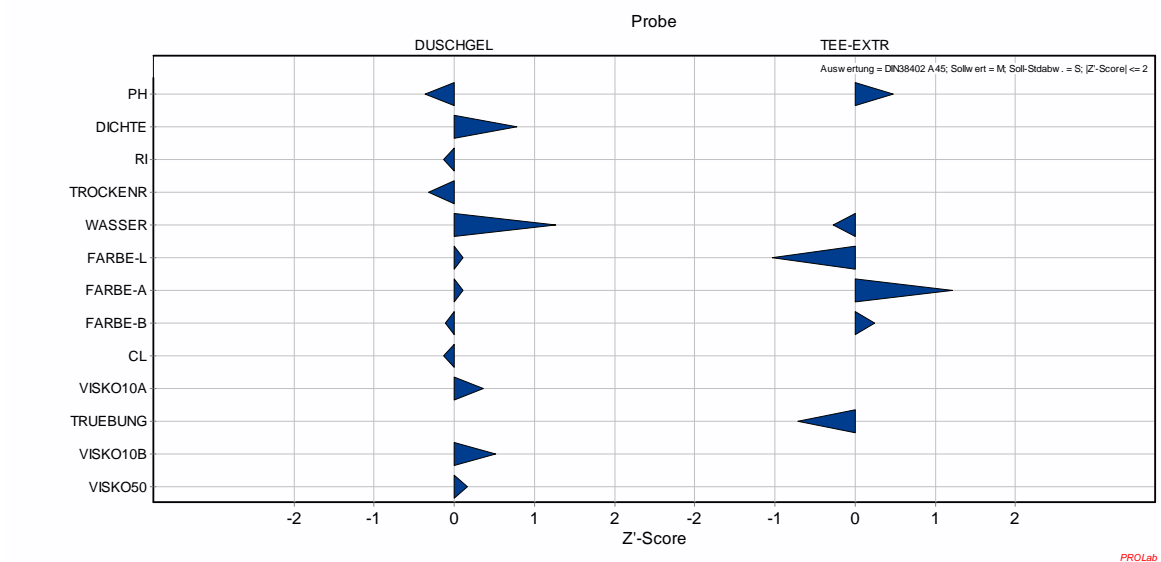


Abbildung 47: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 02 (bestanden)

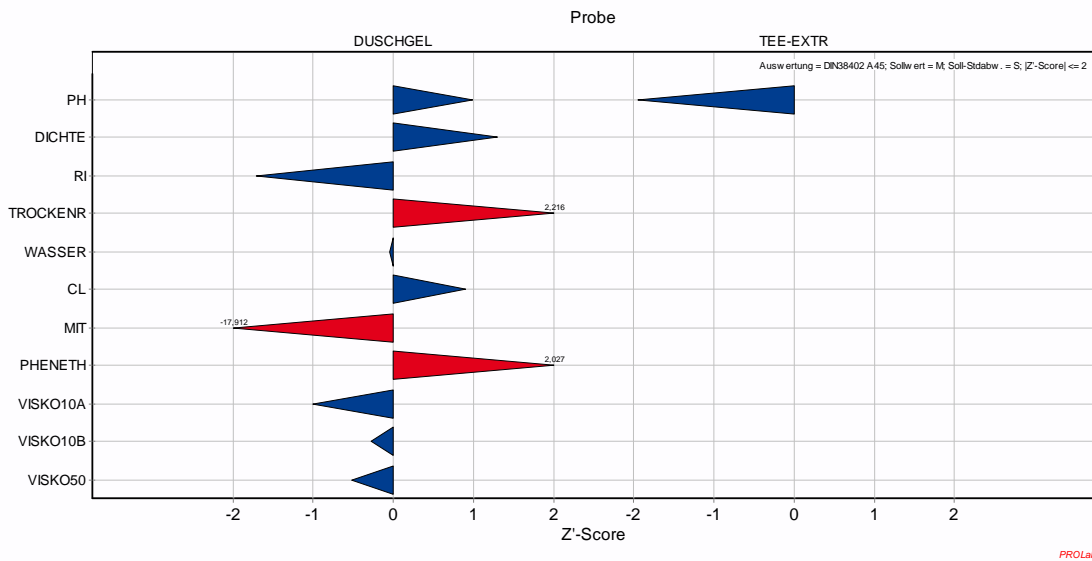


Abbildung 48: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 03 (nicht bestanden)

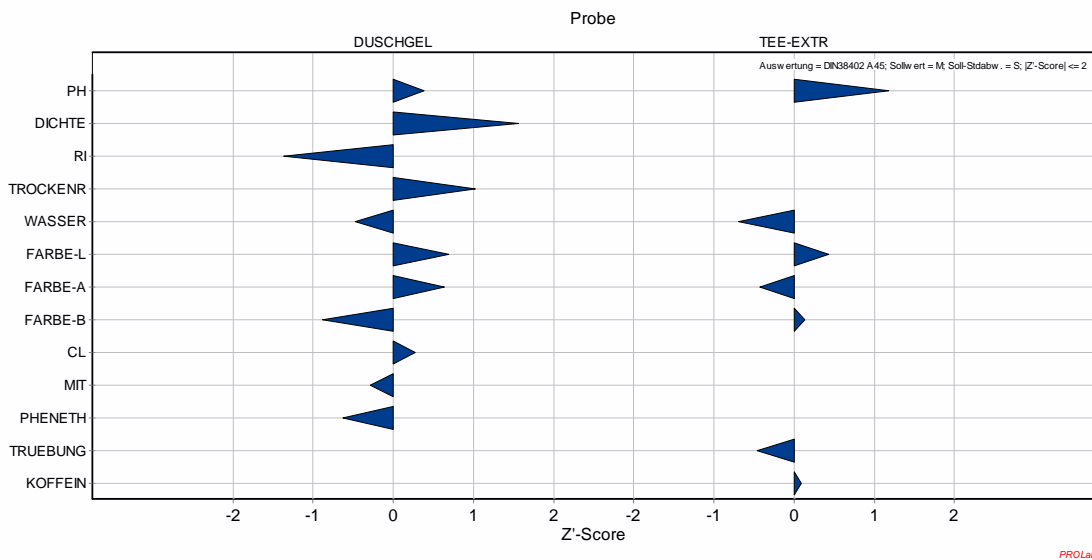


Abbildung 49: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 04 (bestanden)

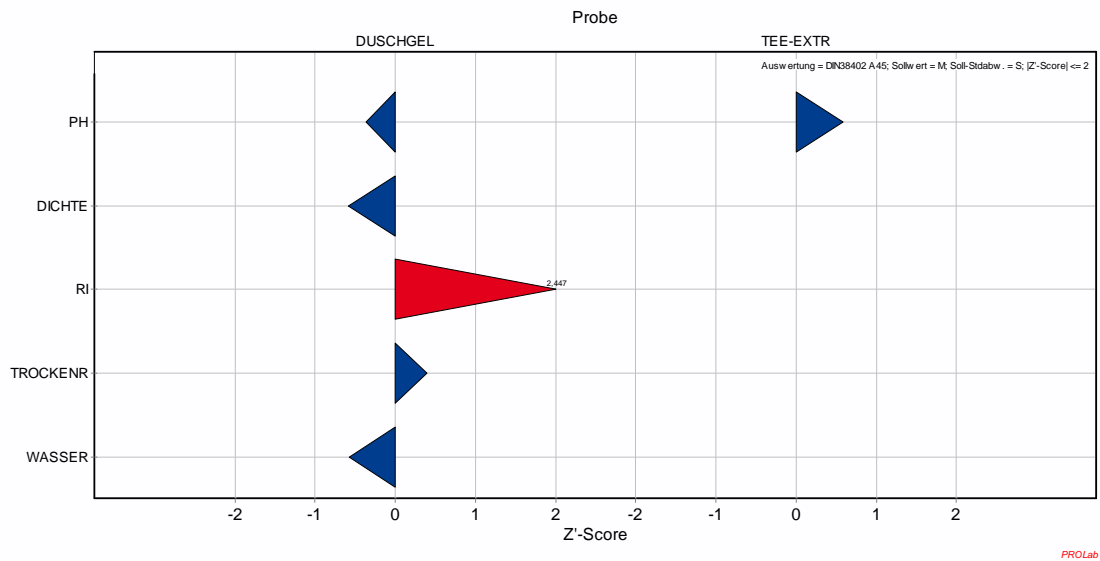


Abbildung 50: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 05 (bestanden)

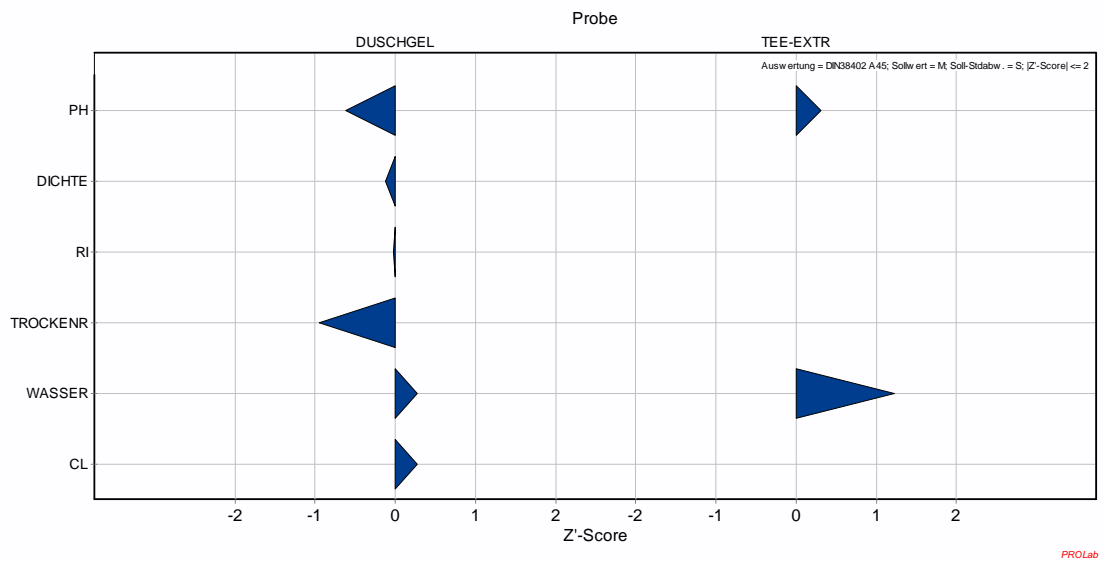


Abbildung 51: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 06 (bestanden)

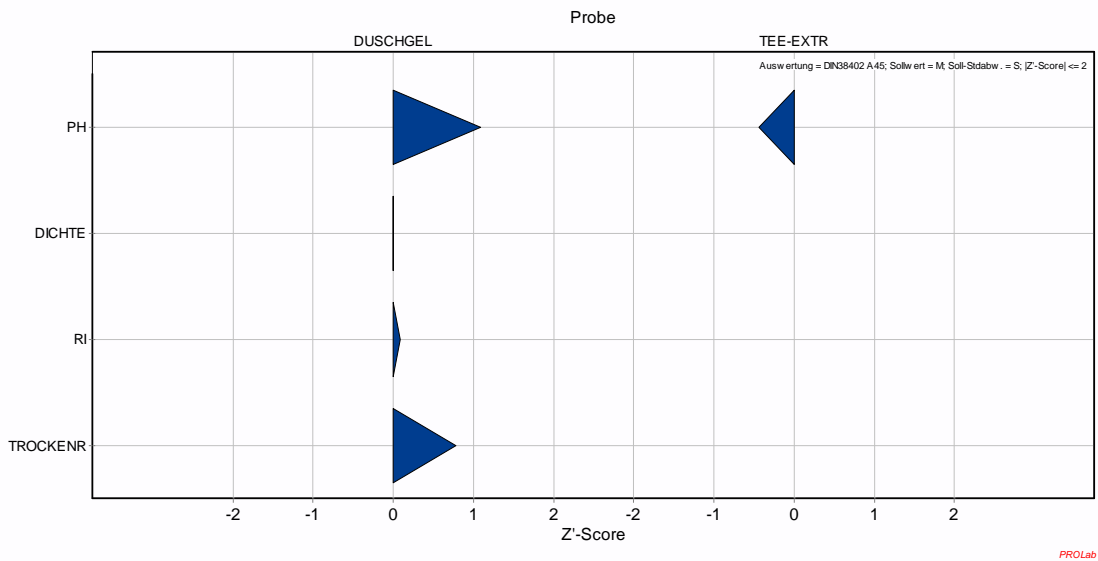


Abbildung 52: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 07 (bestanden)

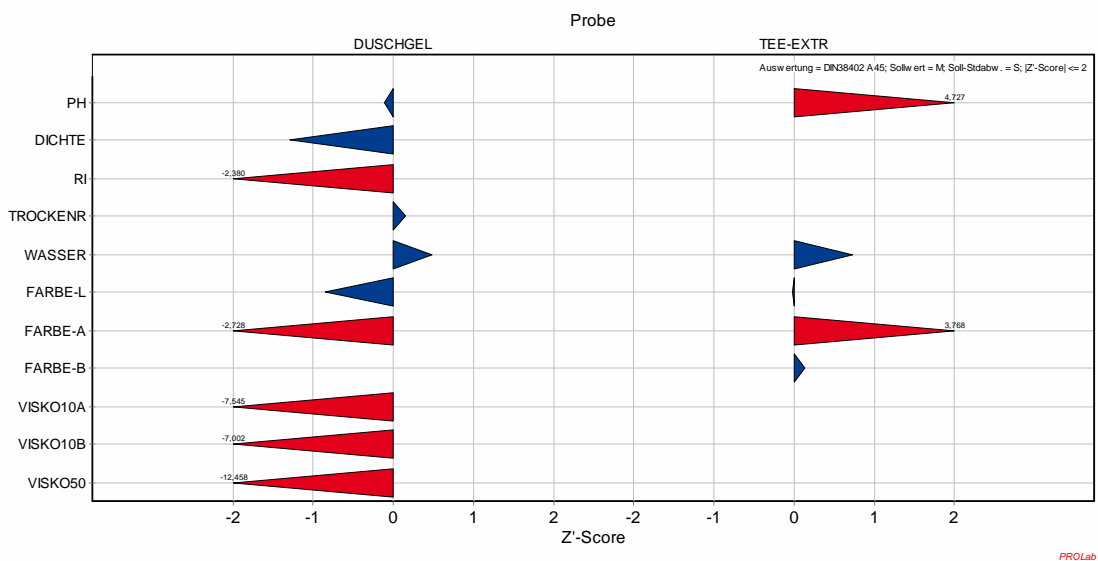


Abbildung 53: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 08 (nicht bestanden)

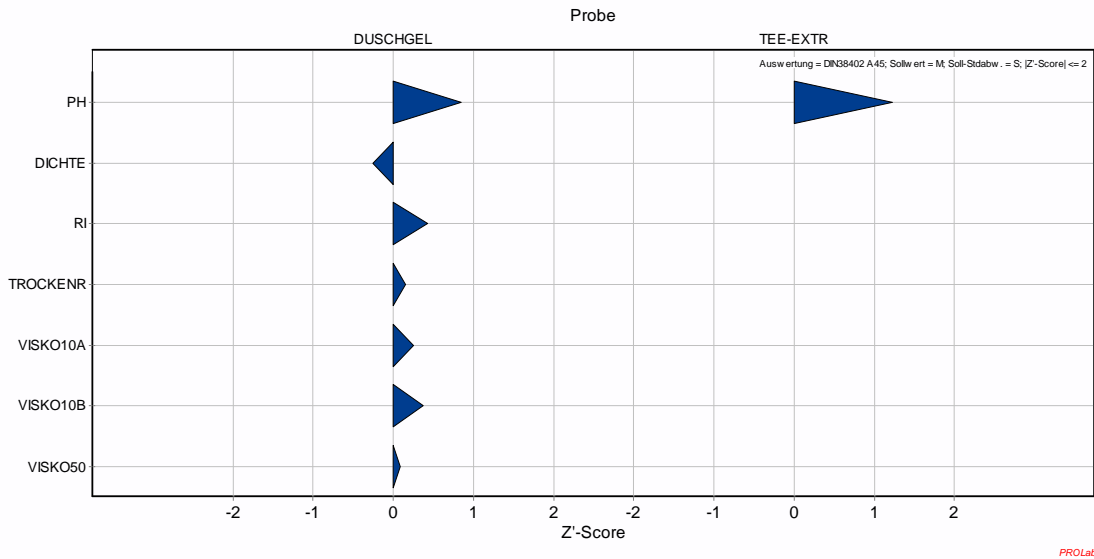


Abbildung 54: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 09 (bestanden)

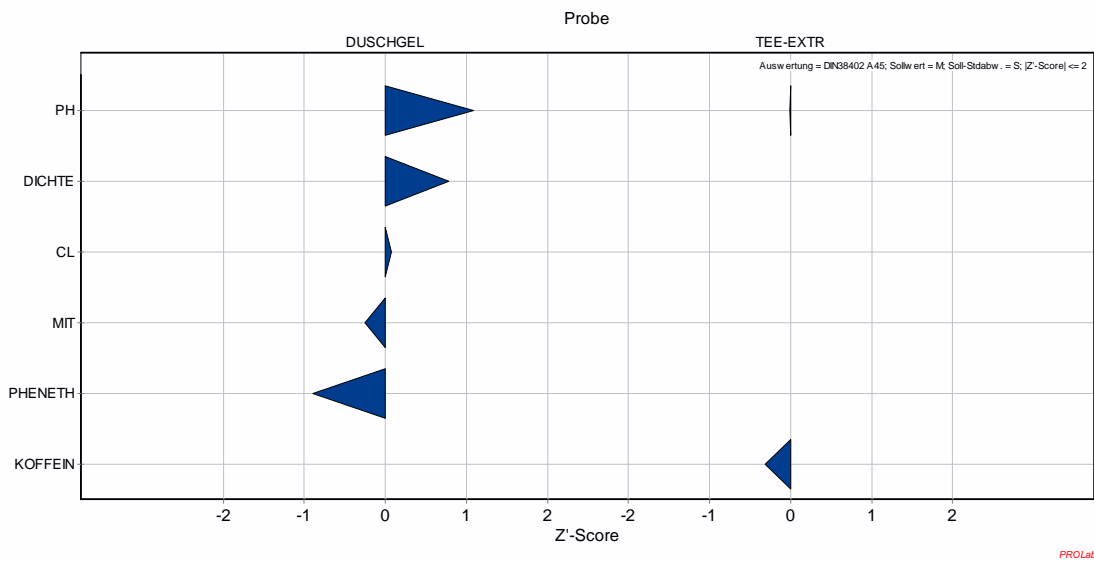


Abbildung 55: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 10 (bestanden)

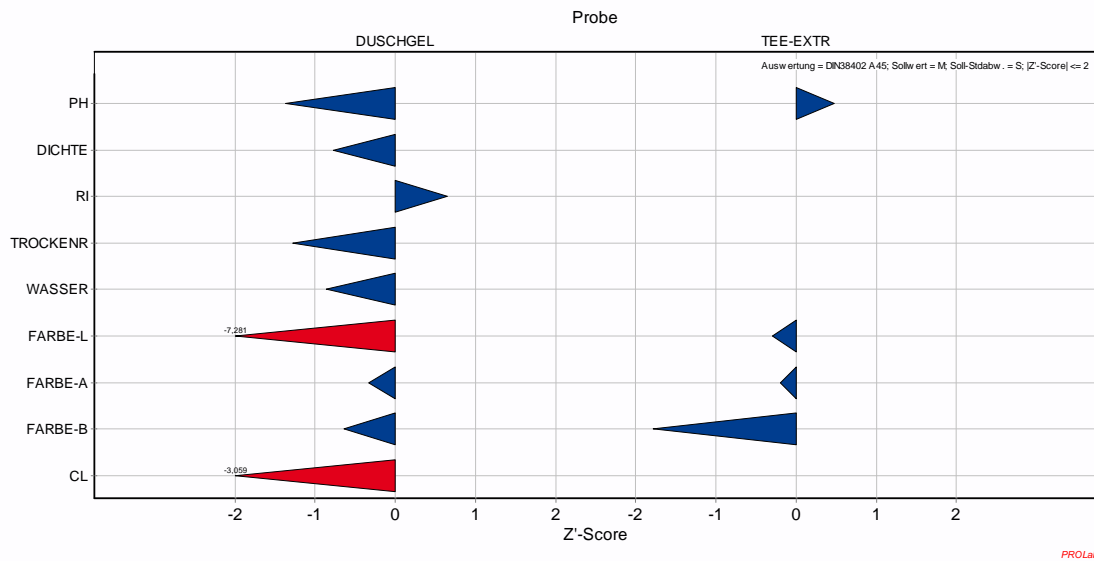


Abbildung 56: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 11 (bestanden)

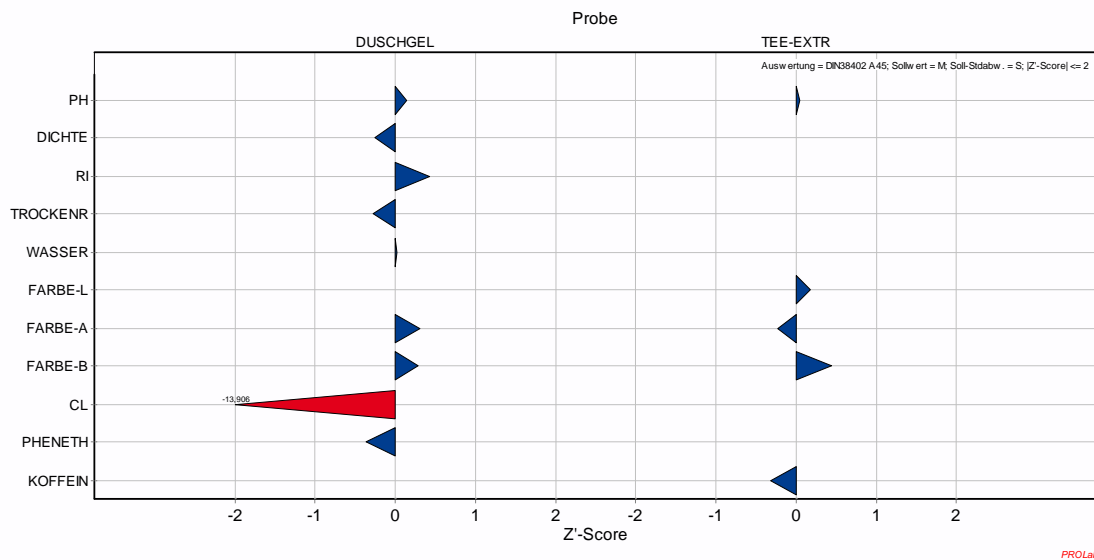


Abbildung 57: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 12 (bestanden)

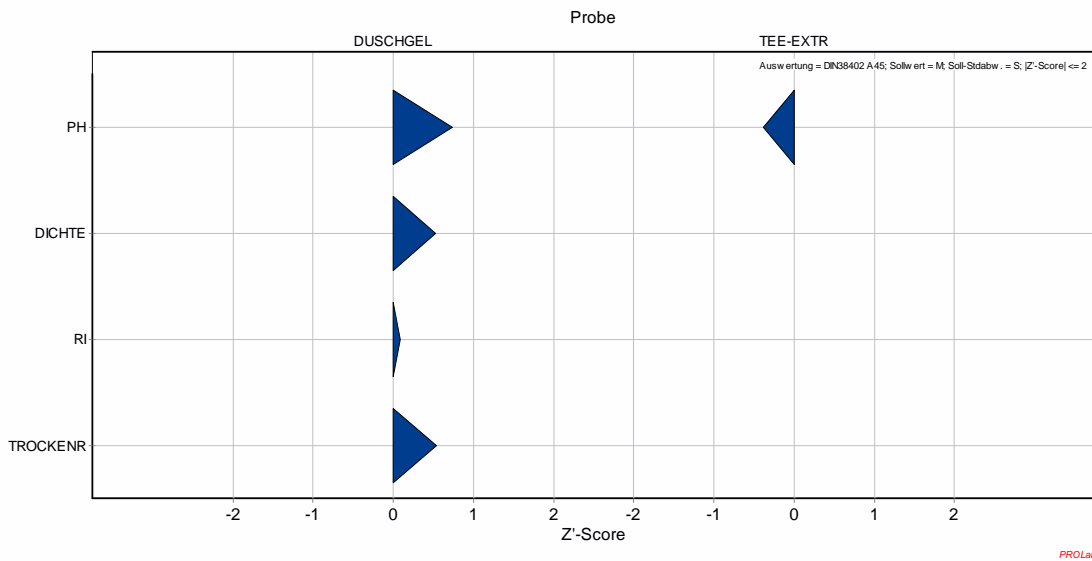


Abbildung 58: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 13 (bestanden)

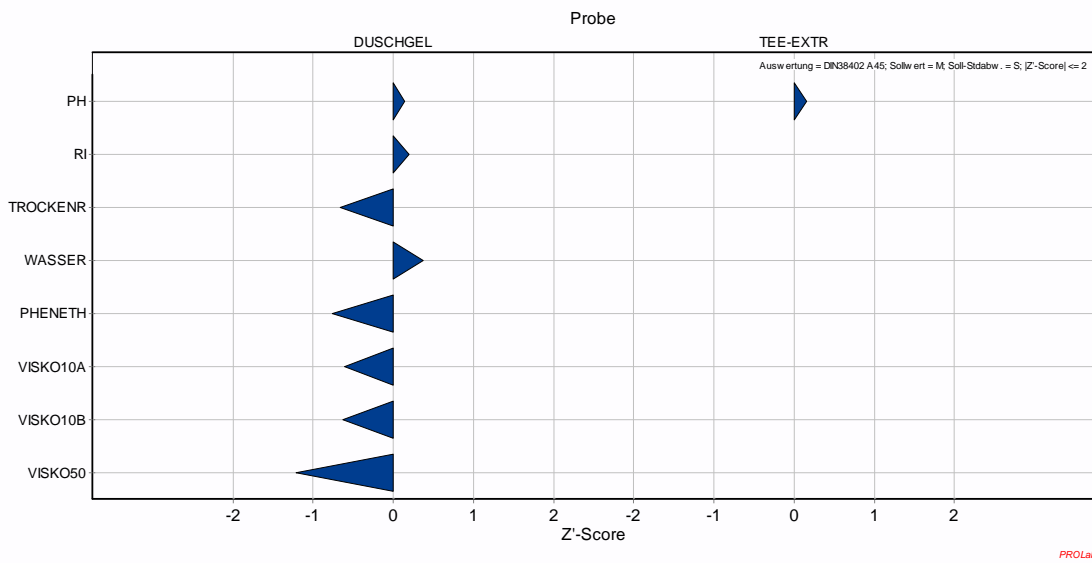


Abbildung 59: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 15 (bestanden)

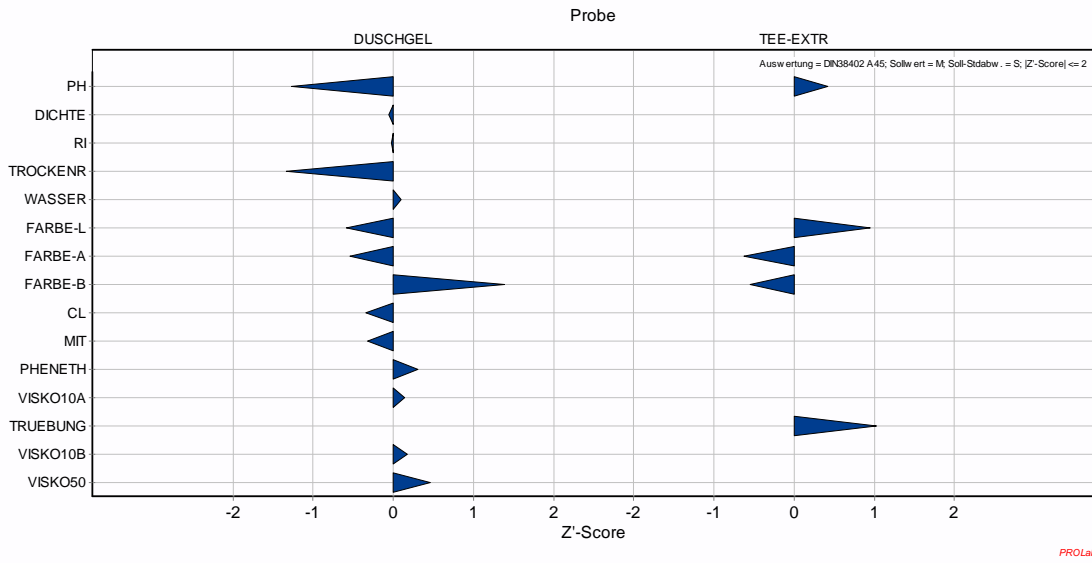


Abbildung 60: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 16 (bestanden)

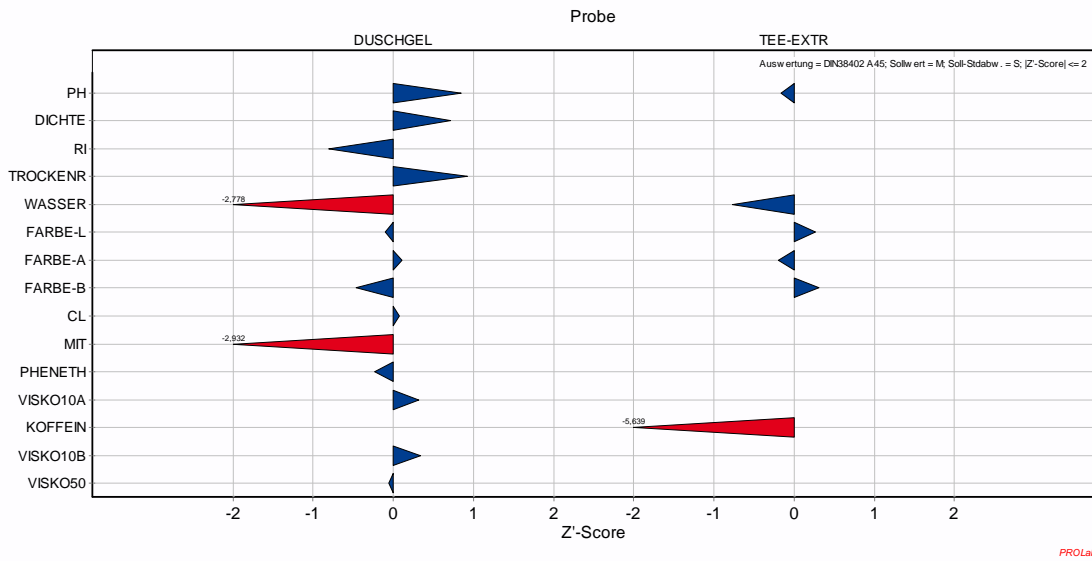


Abbildung 61: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 17 (bestanden)

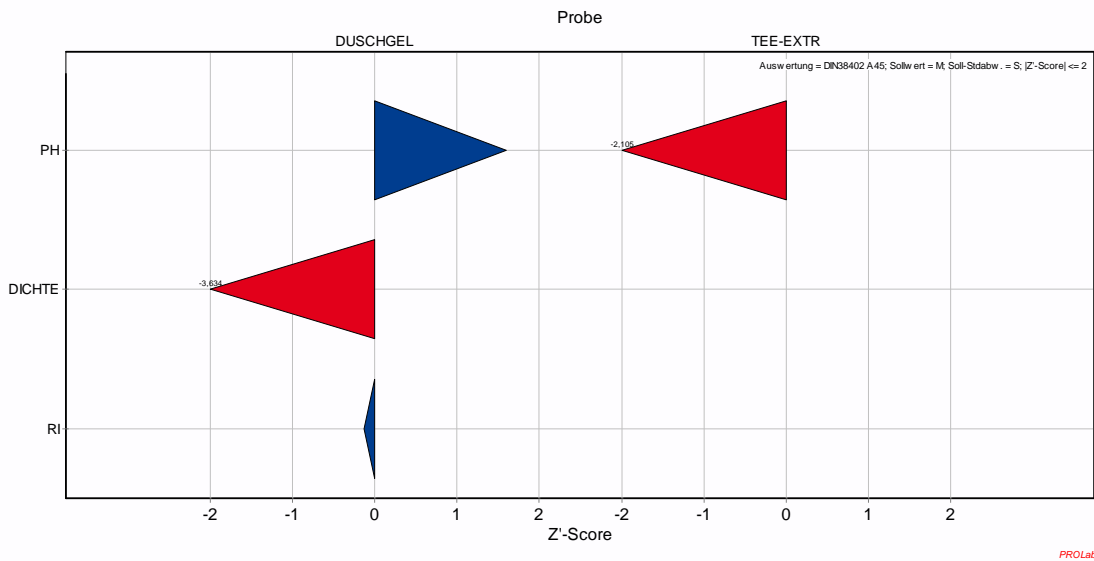


Abbildung 62: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 18 (nicht gewertet)

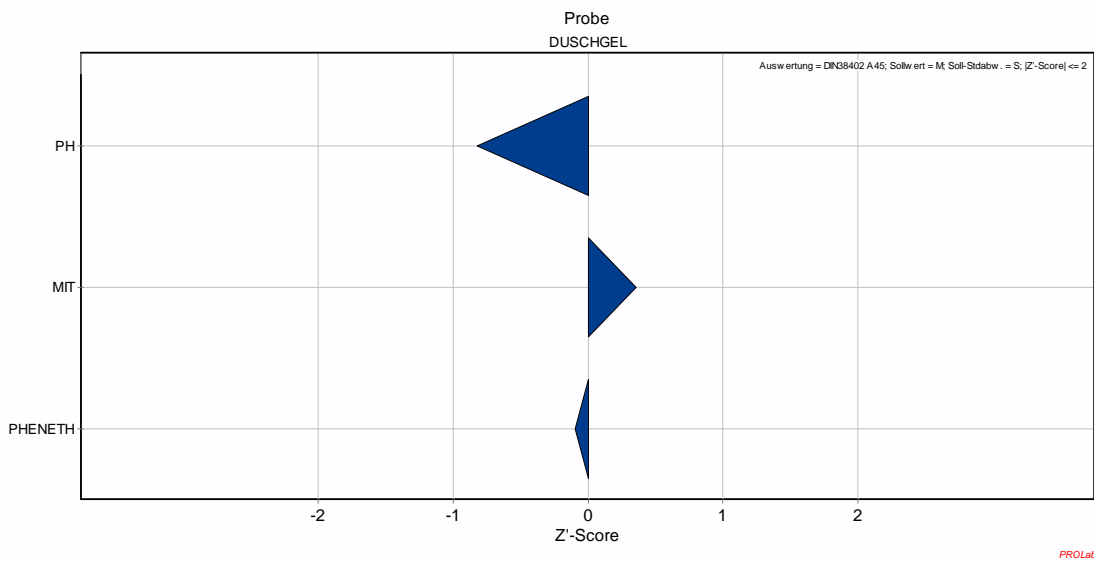


Abbildung 63: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 19 (nicht gewertet)

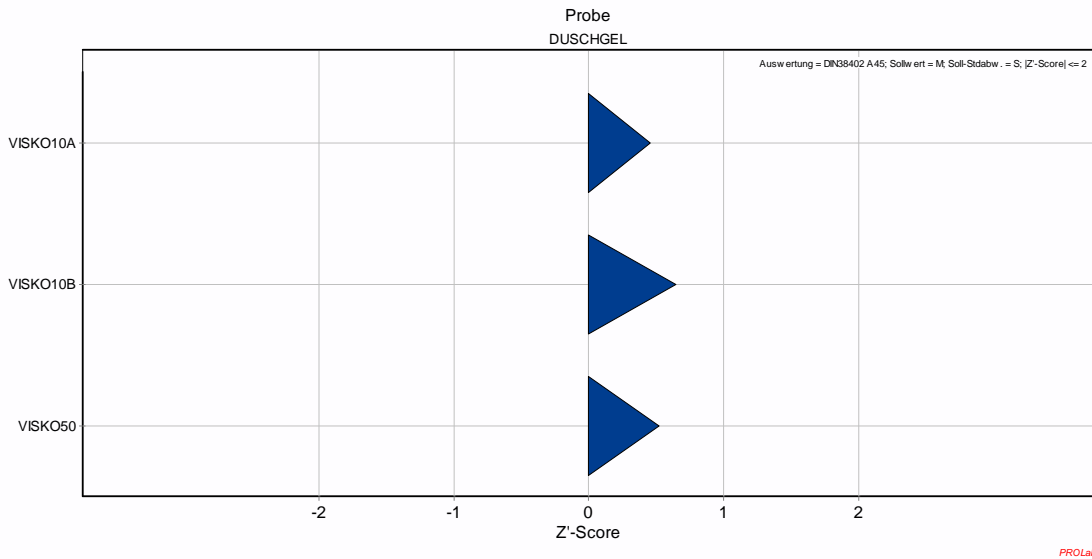


Abbildung 64: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 20 (nicht gewertet)

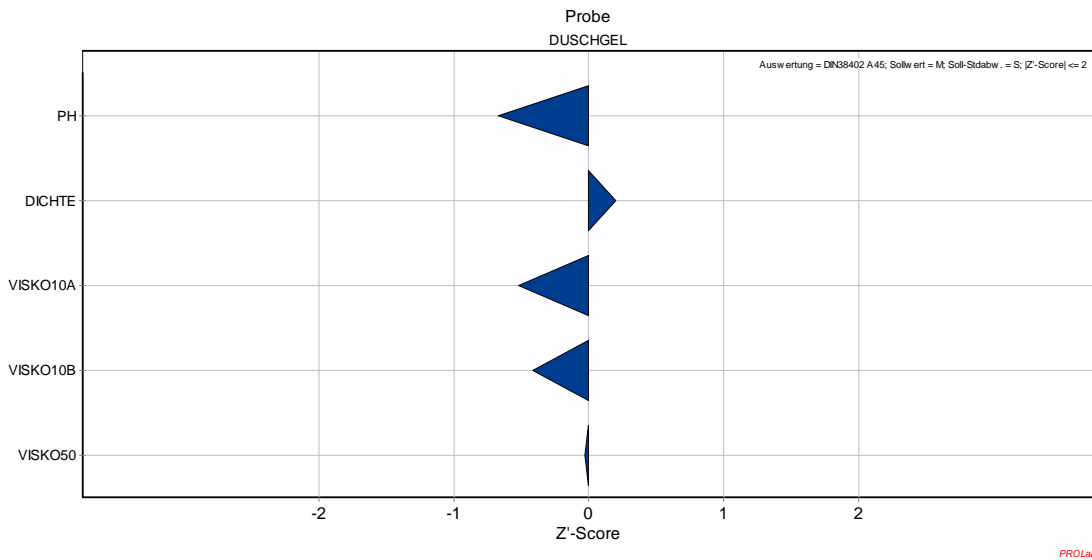


Abbildung 65: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 21 (bestanden).

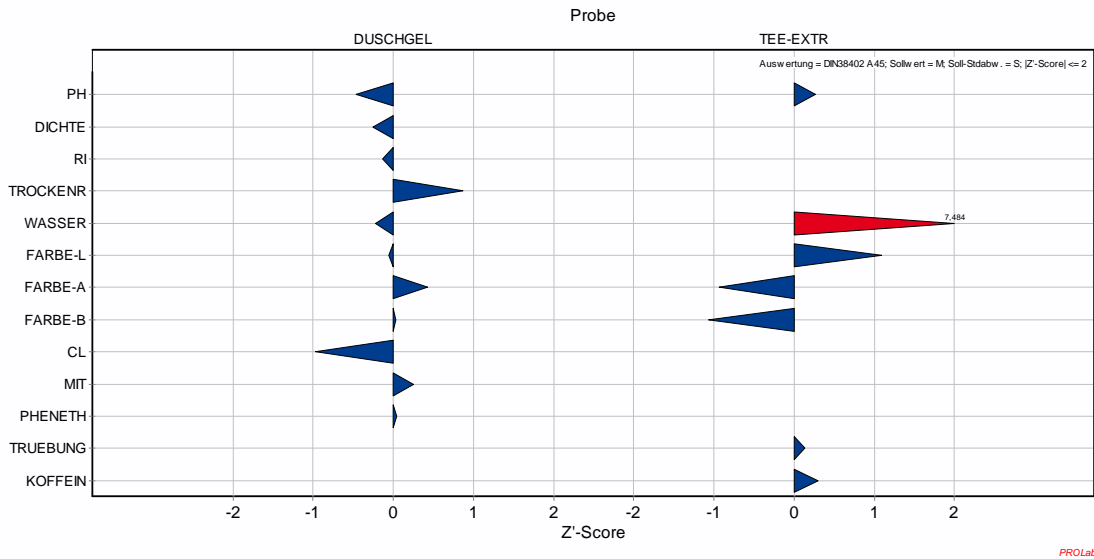


Abbildung 66: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 22 (bestanden).

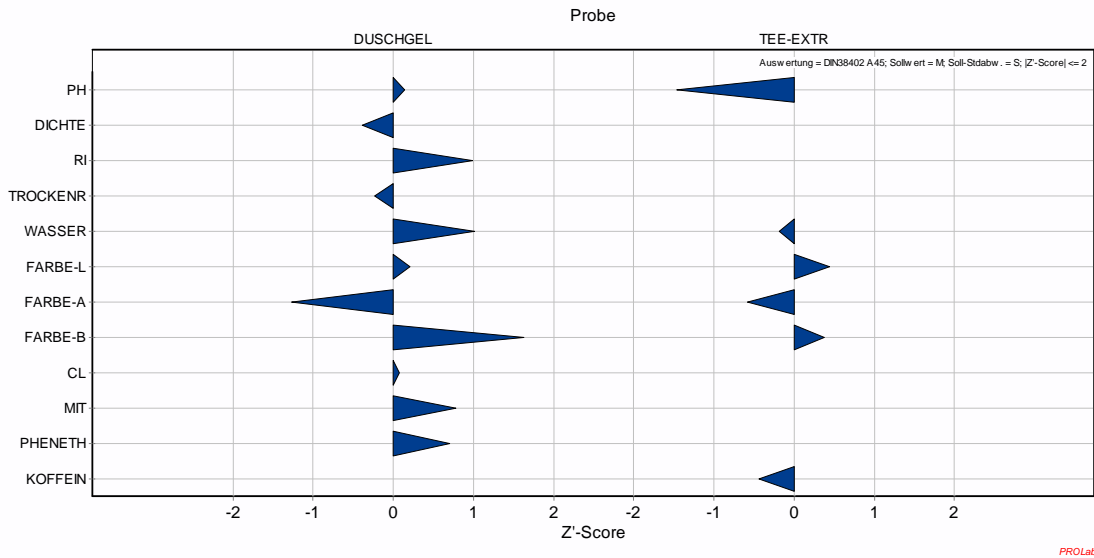


Abbildung 67: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 23 (bestanden).

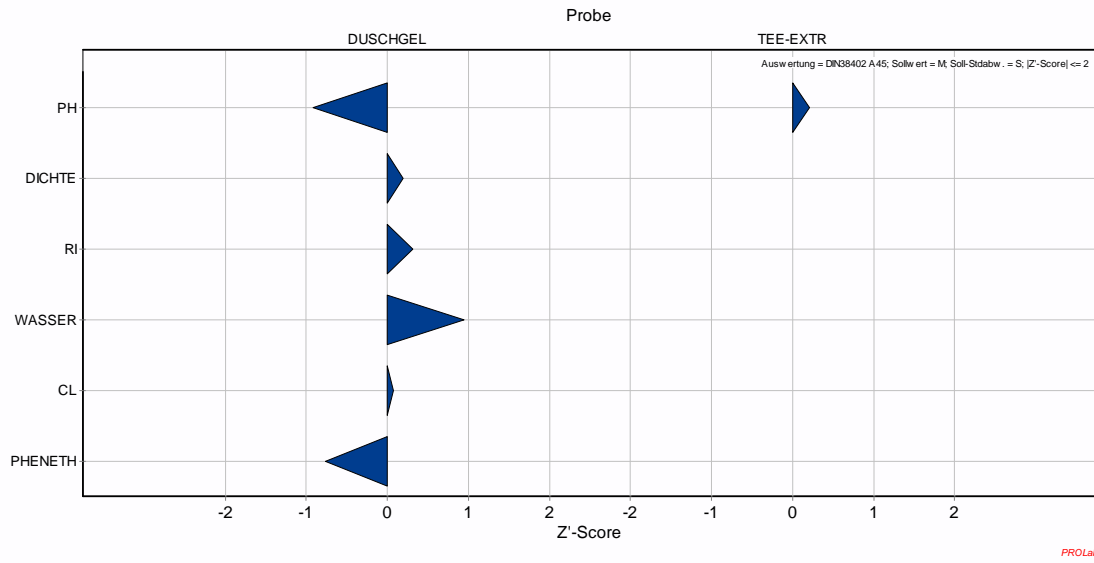


Abbildung 68: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 24 (bestanden)

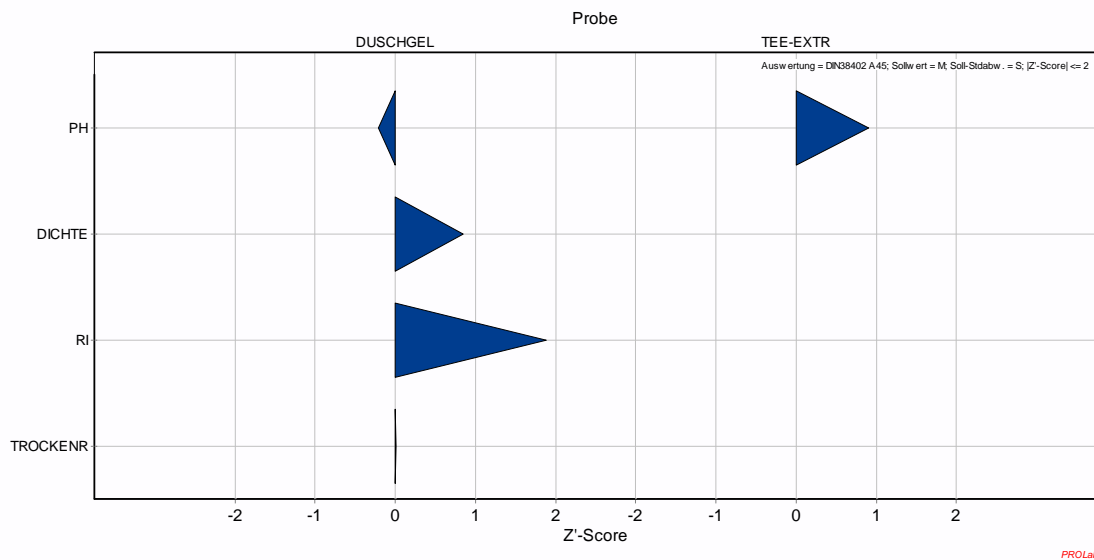


Abbildung 69: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 25 (bestanden)

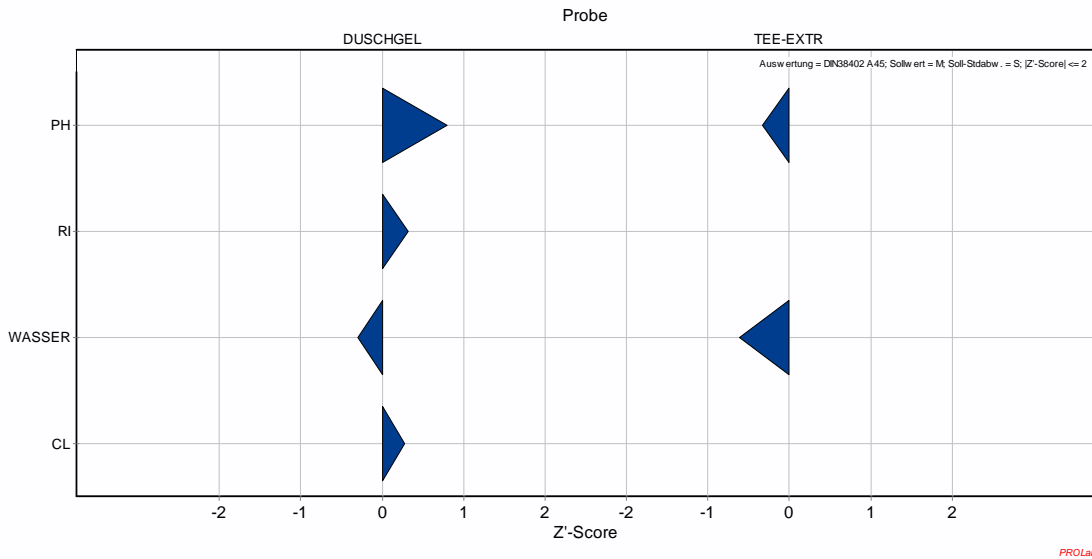


Abbildung 70: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 26 (bestanden)

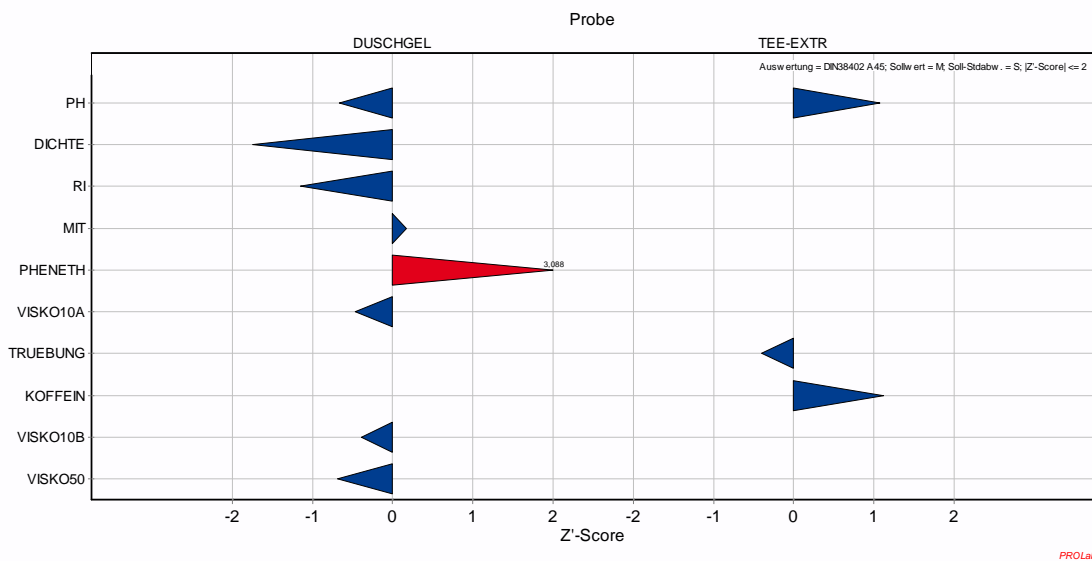


Abbildung 71: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 27 (bestanden)

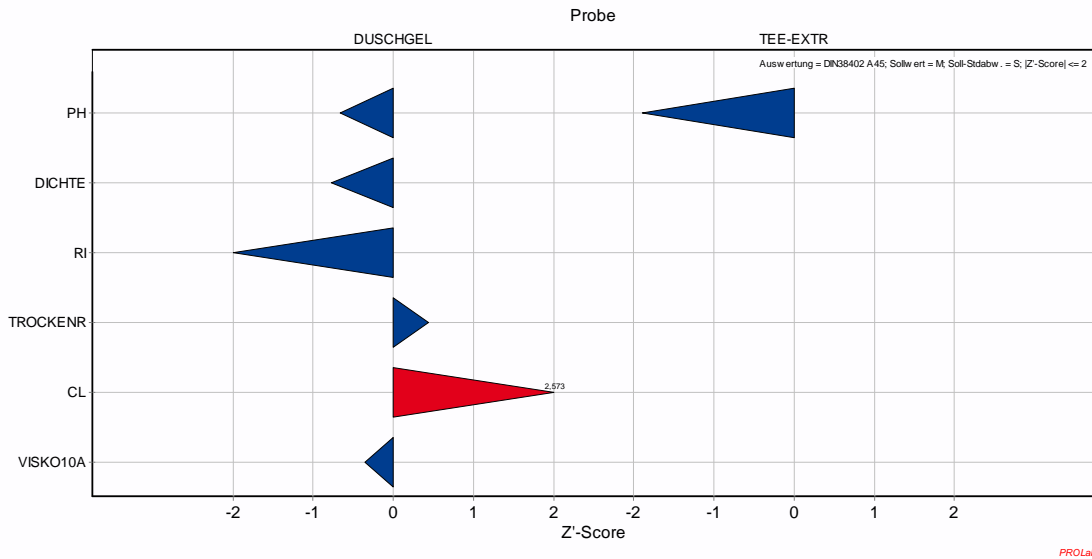


Abbildung 72: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 28 (bestanden).

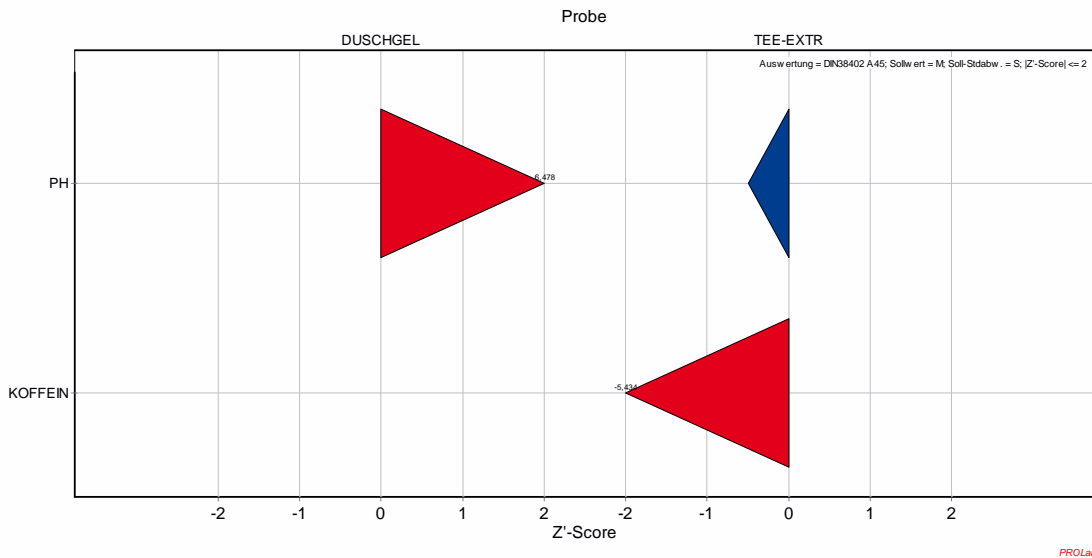


Abbildung 73: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 29 (nicht gewertet)

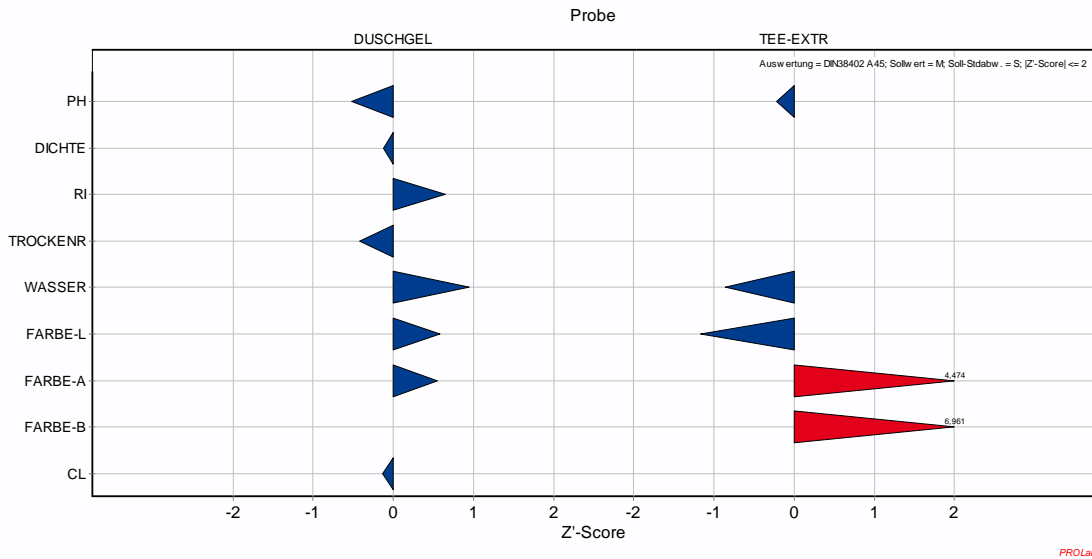


Abbildung 74: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 30 (bestanden)