

Ringversuch 2023

Bestimmung physikalisch- chemischer Parameter in einer Creme und einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe
IX der DGK

August 2023

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	2
Allgemeines	4
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	5
Zusammenfassung und Ausblick.....	8
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	12
Produkt, Ergebnisübersicht pH-Wert	14
Rohstoff, Ergebnisübersicht pH-Wert	15
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal pH-Wert	16
Produkt, Ergebnisübersicht Dichte	17
Rohstoff, Ergebnisübersicht Dichte	18
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Dichte	19
Produkt, Ergebnisübersicht Wassergehalt.....	20
Rohstoff, Ergebnisübersicht Wassergehalt.....	21
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Wassergehalt.....	22
Produkt, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	23
Rohstoff, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	24
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Trockenrückstand	25
Produkt, Ergebnisübersicht Formaldehyd (gesamt).....	26
Rohstoff, Ergebnisübersicht Formaldehyd (gesamt).....	27
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Formaldehyd (gesamt).....	28
Produkt, Ergebnisübersicht Formaldehyd (frei).....	29
Rohstoff, Ergebnisübersicht Formaldehyd (frei).....	30
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Formaldehyd (frei).....	31
Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 10/s.....	32
Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 50/s.....	33
Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 100/s.....	34
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal DIN Viskosität beim Produkt.....	35
Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 10 rpm.....	36
Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 20 rpm.....	37
Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 30 rpm.....	38
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brookfield Viskosität beim Produkt.....	39
Produkt, Ergebnisübersicht Dihydroxyaceton	41
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Dihydroxyaceton	42
Produkt, Ergebnisübersicht Glycerin	43

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Glycerin.....	44
Produkt, Ergebnisübersicht Propylenglycol	45
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Propylenglycol.....	46
Produkt, Ergebnisübersicht Panthenol	47
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Panthenol.....	48
Produkt, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol	49
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Phenoxyethanol	50
Produkt, Ergebnisübersicht Ethylhexylglycerin	51
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Ethylhexylglycerin	52
Produkt, Ergebnisübersicht Benzoesäure.....	53
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Benzoesäure.....	54
Produkt, Ergebnisübersicht Benzylsalicylat	55
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Benzylsalicylat	56
Produkt, Ergebnisübersicht Milchsäure	57
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Milchsäure	58
Produkt, Ergebnisübersicht Limonen.....	59
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Limonen.....	60
Rohstoff, Ergebnisübersicht Brechungsindex	61
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brechungsindex	62
Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 10/s.....	63
Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 50/s.....	64
Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 100/s.....	65
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal DIN Viskosität, Rohstoff	66
Rohstoff, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 50 rpm.....	67
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brookfield Viskosität, 50 rpm.....	68
Rohstoff, Ergebnisübersicht Aniontensid.....	69
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Aniontensid	70
Rohstoff, Ergebnisübersicht 1,4 Dioxan.....	71
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal 1,4 Dioxan.....	72
Rohstoff, Ergebnisübersicht Sulfat	73
Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Sulfat	74
Anhang.....	75

Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe 20 Ringversuche durchgeführt, die für Laboratorien der kosmetischen Industrie als Angebot dienen sollten, eine Standortbestimmung bezüglich der Qualität der eigenen Analytik zu ermöglichen (Ringversuchsauswertungen siehe www.dgk-ev.de). Aufgrund der positiven Resonanz durch die Teilnehmer entschloss sich die Fachgruppe, auch in 2023 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 ausgewählte z-Score innerhalb eines Toleranzbereiches von +2,0 bis -2,0, liegt (Details hierzu finden Sie unter dem Punkt „Statistik“). Dies setzt die Bestimmung von mindestens 5 Parametern durch das teilnehmende Labor voraus. Ist ein Parameter von weniger als 6 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 oder von den Vorgaben abweichen, kann der Parameter nicht als bestanden gewertet werden.

Untersucht wurden diesmal ein Produkt sowie ein Rohstoff. Sowohl das Produkt 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 „Produkt“:

pH-Wert, Dichte, Wassergehalt, Trockenrückstand, DIN Viskosität, 10/s, DIN Viskosität, 50/s, DIN Viskosität, 100/s, Brookfield Viskosität, 10 rpm, Brookfield Viskosität, 20 rpm, Brookfield Viskosität, 30 rpm, Dihydroxyaceton, Glycerin, Propylenglycol, Panthenol, Phenoxyethanol, Ethylhexylglycerin, Benzoesäure, Benzylsalicylat, Formaldehyd (gesamt), Formaldehyd (frei), Milchsäure, Limonen.

Ringversuch „Rohstoff“:

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Wassergehalt, Trockenrückstand, DIN Viskosität, 10/s, DIN Viskosität, 50/s, DIN Viskosität, 100/s, Brookfield Viskosität, 50 rpm, Aniontensid, 1,4 Dioxan, Formaldehyd (gesamt), Formaldehyd (frei), Sulfat.

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2023 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 März 2023 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 29. April 2023. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab Mai 2023.

Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte

Grundlage:

Die Grundlage für die Durchführung und Auswertung des Ringversuchs ist die Norm DIN 38402-A45 (Teil 45: Ringversuche zur Eignungsprüfung von Laboratorien) und die Norm ISO 13528:2015 (Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparison), welche die Kriterien für die Durchführung von Ringversuchen zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien festlegen und die anzuwendenden statistischen Methoden beschreiben.

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 Bestimmung der Kriterien für die Bewertung der Leistungsfähigkeit eines Labors erfolgt anhand der im Ringversuch ermittelten Daten. Die erhaltenen Messwerte der Teilnehmer werden gemäß DIN 38402-A45 und ISO 13528:2015 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 (m_{soll}) werden mit Hilfe der Vergleichsstandardabweichung (s_{soll}) normiert und in so genannten z-Scores ausgedrückt:

$$z\text{-Score} = (\text{Analysenergebnis} - m_{\text{soll}}) / s_{\text{soll}}$$

Bei Parametern, die grundsätzlich keine negativen (Mess-) Werte annehmen können, empfiehlt die DIN 38402-A45, als Qualitätskriterium modifizierte z-Scores, so genannte zu-Scores heranzuziehen.

Die Standardunsicherheit des Sollwertes (u_{soll}) wird nach ISO 13528 mit folgender Formel berechnet (n bezeichnet die Anzahl der Labore):

$$u_{\text{soll}} = 1,25 * s_{\text{soll}} / \sqrt{n}$$

Ist die Standardunsicherheit des Sollwertes gegenüber der Vergleichsstandardabweichung nicht zu vernachlässigen, so wird die Verwendung sogenannter z'-Scores empfohlen. Dies ist umso wahrscheinlicher je weniger Messwerte für einen Parameter vorliegen. In der ISO-Norm 13528:2015 wird empfohlen den z'-Score zu verwenden wenn

$$u_{\text{soll}} > 0,3 * s_{\text{soll}}$$

ist.

Der z'-Score berechnet sich wie folgt:

$$z' = (\text{Analysenergebnis} - m_{\text{soll}}) / \sqrt{(s_{\text{soll}}^2 + u_{\text{soll}}^2)}$$

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

Das Vorzeichen aller z-Scores zeigt die Richtung der Fehlbestimmung an (+ = zu hoch bestimmt, - = zu niedrig bestimmt).

Für die vorliegende Auswertung wurde der z'-Score als Bewertungskriterium festgelegt, da bei einigen Messparametern nur relativ wenige Analysenergebnisse zu Auswertung vorliegen und die Standardunsicherheit des Sollwertes (u_{soll}) gegenüber der Vergleichsstandardabweichung bei einem Teil der Messparameter nicht zu vernachlässigen ist.

Die Berechnung der statistischen Kennwerte für die gemessenen Parameter beinhaltet in der Regel alle Messwerte, in einigen Fällen werden jedoch einige Messergebnisse von der Berechnung ausgeschlossen. In diesen Fällen wird in der Tabelle der Kennwerte darauf hingewiesen.

Sollwert ist der, durch die in der DIN angegebene Methode, ermittelte Mittelwert der Messwerte aller Laboratorien (robuste Mittelwert Schätzung, Hampel-Schätzer). Er entspricht daher nicht immer dem arithmetischen Mittelwert, da Ausreißer mit einer anderen Wichtung gerechnet werden, als reguläre Messwerte.

Die Vergleichs-Standardabweichung ist die, aus den Messwerten der Labore, mit Hilfe der Q-Methode berechnete robuste Standardabweichung zwischen den Laboren. Mit dem gleichen Verfahren kann auch die Wiederhol-Standardabweichung (Standardabweichung innerhalb der Labore) berechnet werden.

Die relative Vergleichs- bzw. Wiederhol-Standardabweichung bezeichnet die prozentuale Vergleichs-, bzw. Wiederhol- Standardabweichung.

Die Grenzen des Toleranzbereiches sind die, mittels des gewählten z-Scores, ermittelten Warngrenzen ($|z\text{-Score}| \leq 2,0$), 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.

Bewertung der Ergebnisse:

Zur Qualitätsbewertung der Messergebnisse werden, wie in der DIN 38402-A45 vorgeschlagen, die Abweichungen der Ergebnisse vom zugewiesenen Wert mit Hilfe der Standardabweichung normiert. Mit dem ausgewählten und berechneten z-Score (siehe oben) werden die Ringversuchsergebnisse wie folgt bewertet und durch eine farbliche Kennzeichnung in den Abbildungen dargestellt.

$ z\text{-Score} \leq 2,0$	erfolgreich	blau
$2,0 < z\text{-Score} \leq 3,0$	fragwürdig	gelb
$ z\text{-Score} > 3,0$	unzureichend	rot

Nicht bewertete Ergebnisse werden grau dargestellt.

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 2024 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 die Ergebnisse der Teilnehmer, dabei sind die als erfolgreich gewerteten Ergebnisse blau, als nicht erfolgreich gewertete rot (unzureichend) oder gelb (fragwürdig) und nicht gewertete grau eingefärbt. Die Schraffur zeigt die Gesamtbewertung der Labore an. Erfolgreich teilgenommene Labore sind ohne Schraffur, nicht erfolgreich teilgenommene mit x-Schraffur und nicht bewertete Labore mit +-Schraffur dargestellt.

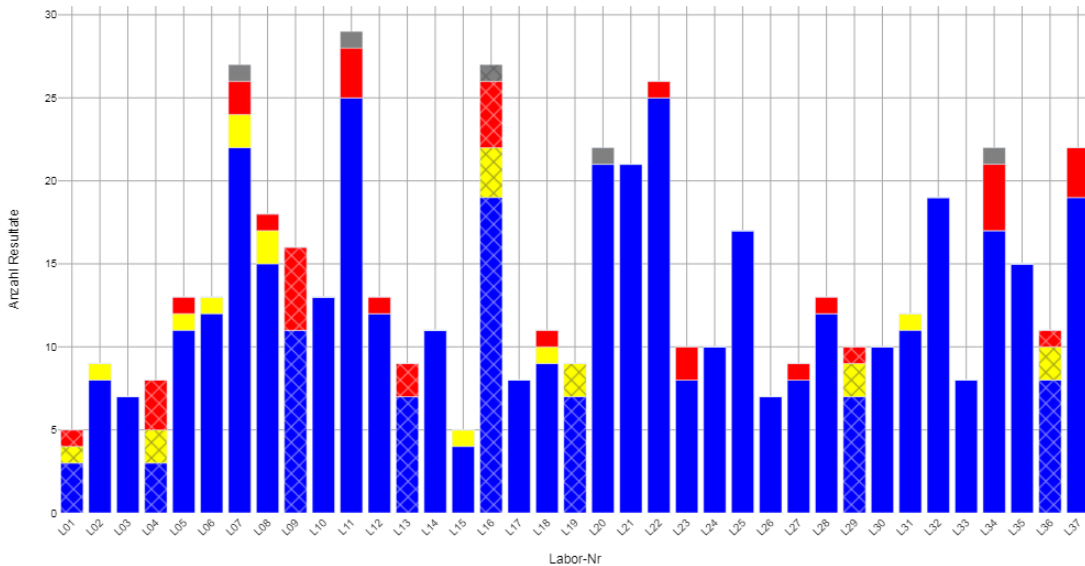


Abbildung 1: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer

In diesem Jahr haben 38 Labore an dem Ringversuch teilgenommen. Davon haben 37 Labore die Ergebnisse abgegeben. Insgesamt 13 der 37 in 2023 teilnehmenden und bewerteten Labore haben alle abgegebenen Ergebnisse erfolgreich bestimmt, 29 Labore konnten die geforderten 80% erfolgreiche Ergebnisse erreichen und 8 Labore konnten die geforderten 80% erfolgreiche Ergebnisse nicht erreichen.

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.

Im Falle eines unzureichenden Ergebnisses sollte das Labor eine eigene Ursachenanalyse durchführen und dann anhand der Ergebnisse der Analyse entsprechende Korrekturmaßnahmen ergreifen. Zudem können die Ringversuchsergebnisse dazu verwendet werden, die Abschätzung der Messunsicherheit der verwendeten Prüfverfahren zu verifizieren oder zu verbessern. Die in mehreren Ringversuchen erzielten

Leistungsergebnisse können in einer Kontrollkarte dargestellt werden. Dies ermöglicht den teilnehmenden Laboratorien ihre Leistung im Laufe der Zeit zu überwachen und Trends zu erkennen, bevor diese zu Problemen werden.

Die folgenden Graphiken zeigen die Übersicht der Ergebnisse pro Parameter für die Proben. Weitere Details werden in der Beschreibung der Versuchsergebnisse des jeweiligen Parameters genannt.

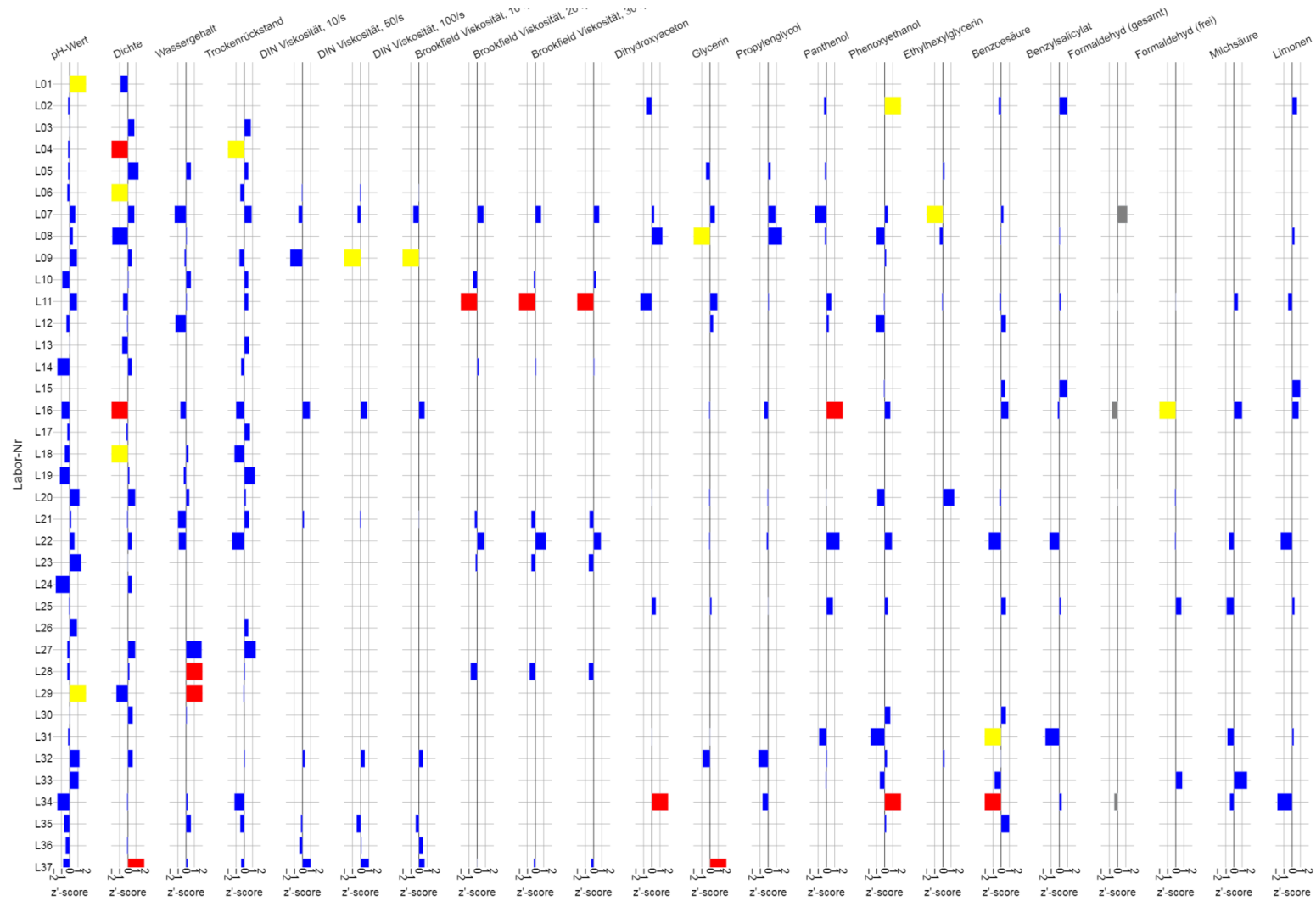


Abbildung 2: z'-Score pro Parameter; Matrix Produkt

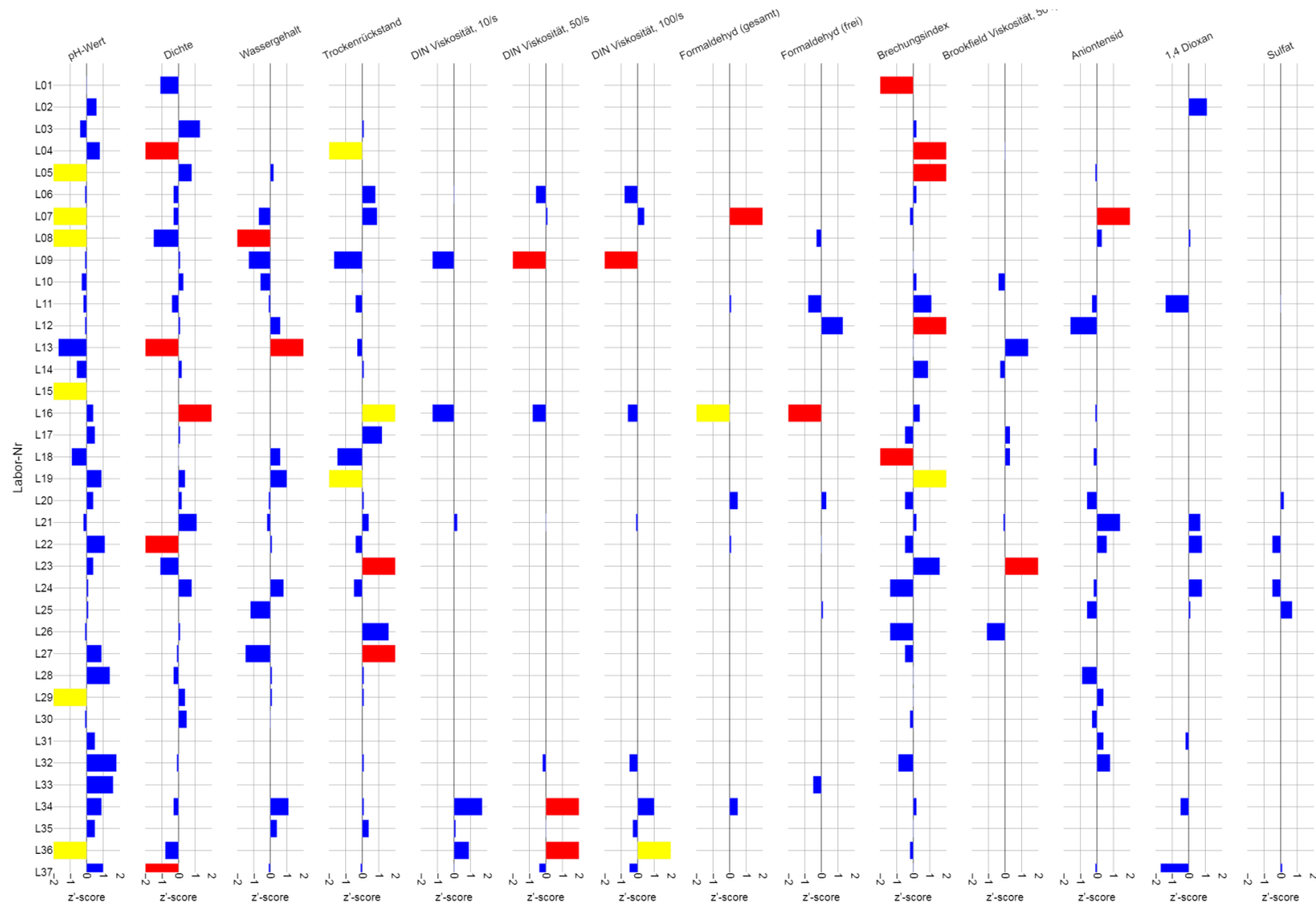


Abbildung 3: z'-Score pro Parameter; Matrix Rohstoff

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.
- Die Anzahl der Labore, die diesen Parameter bestimmt haben und in Klammern die Anzahl der Labore, die für die Berechnung der statistischen Kenndaten verwendet wurden. Angabe des errechneten Sollwertes (robuster Mittelwert, Hampel-Schätzer) und der errechneten rel. Vergleichs-Standardabweichung und der rel. Wiederhol-Standardabweichung (robuste Standardabweichungen, Q-Methode) sowie des Toleranzbereiches innerhalb dessen die Ergebnisse als erfolgreich gewertet werden.
- Tabellarische Übersicht der Messwerte der Labore. Hier sind die als "unzureichend" bzw. als "fragwürdig" gewerteten Parameter in rot und kursiv (für den schwarz/weiß Ausdruck) dargestellt. Wurde von einem Labor anstelle des Messwertes die Nachweisgrenze (NWG) oder Bestimmungsgrenze (BG) angegeben, so ist dieser Wert mit NWG oder BG gekennzeichnet und das Ergebnis wird nicht gewertet (grau in den Darstellungen der z-Scores). Wurde von einem Labor das Messergebnis nicht in der vorgegebenen Einheit angegeben, so ist dieser Wert mit E gekennzeichnet und das Ergebnis wird als unzureichend gewertet (rot in den Darstellungen der z-Scores).
- 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. Hier werden nur die Ergebnisse gezeigt, die auch in die Berechnung der statistischen Kennwerte verwendet wurden. Hat ein Teilnehmer mehr als 2 Werte angegeben, wurden der höchste und der niedrigste Wert verwendet.
- Graphik der z-Scores mit den als erfolgreich gewerteten Werten in blau und den fragwürdigen in Gelb und den unzureichenden in Rot, wobei der z-Score der fragwürdigen und unzureichenden Ergebnisse angegeben wird. Wenn das Ergebnis nicht in die Laborbewertung einfließt, z.B. weil vom Labor zu wenig Parameter bestimmt wurden oder weil nicht genügend Labore den Messwert bestimmt haben, so ist ein grauer Balken abgebildet. Zu Informationszwecken sind hier alle Ergebnisse dargestellt, also auch diejenigen, die nicht in die Berechnung der statistischen Kenndaten eingeflossen sind.
- Youden-Plot der Laborergebnisse. Liegen für einen Parameter Ergebnisse für beide Proben vor, so wird der z-Score der beiden Proben gegeneinander aufgetragen. Treten z-Score Werte von < -10 bzw. > 10 auf, so wird die Darstellung der z-Scores auf -10 bzw. 10 begrenzt. Die gestrichelten Linien kennzeichnen die Lage des robusten Mittelwertes (entspricht dem z-Score 0 wenn die beiden Proben gegeneinander aufgetragen werden). Da die Bewertung des z-Scores für einen Parameter bei den beiden Proben unterschiedlich sein kann, wird in diesem Fall die Mischfarbe der z-Score Bewertung gezeigt. Ist z.B. die Bewertung des Produktes erfolgreich (blau) und die Bewertung des Rohstoffes fragwürdig (gelb) so wird der Punkt im Youden-Plot mit der Mischfarbe grün dargestellt. Ist für eine Probe der z-Score nicht gewertet (grau) so wird die Farbe der anderen Probe dargestellt.

Systematische Abweichungen sind in dieser Darstellung durch die Lage auf oder in der Nähe der durchgezogenen Diagonale erkennbar. Liegen die Punkte weit von der Diagonalen entfernt (Lot auf die Diagonale), so deutet dies auf zufällige Abweichungen/geringe Reproduzierbarkeit der Ergebnisse hin.

- Liegt die relative Vergleichs-Standardabweichung eines Parameters so hoch, dass alle Labore trotz offensichtlicher großer Streuung der Messwerte diesen Analyseparameter als richtig abgeschlossen haben, dann wird der Parameter nicht ausgewertet. Eine relative Vergleichs-Standardabweichung von nicht mehr als 30% wird angestrebt.

Wertung von augenscheinlich falschen Messergebnissen:

Grundsätzlich stellt die Fachgruppe keine Vermutungen über die Richtigkeit oder die Plausibilität der abgegebenen Messwerte an. Die Werte werden so ausgewertet wie abgegeben. Es wird erwartet, dass die Einheiten eingehalten und die Plausibilität vor dem Einreichen überprüft wird.

- Wird von den Teilnehmern eine andere Methodik als vorgegeben verwendet, wird das Ergebnis nicht für die Auswertung berücksichtigt. Die Verwendung einer anderen als der vorgegebenen Methode ist zulässig, wenn mit dem Ergebnis auf die Abweichung von den Vorgaben hingewiesen wird und die verwendeten Messbedingungen ausreichend beschrieben sind und das Labor sicher ist, dass die abweichende Messung zu vergleichbaren Ergebnissen führt. Die Experten der Fachgruppe entscheiden ob das Ergebnis für die Auswertung berücksichtigt wird. Wenn keine Angaben zur Methodik gemacht werden, wird angenommen, dass die Vorgaben zur Messung beachtet wurden.
- Wird von einem Labor ein Messergebnis unter Einhaltung der Einheiten und Vorgaben abgegeben, das aber offensichtlich falsch ist (z.B. weil eine Stelle versehentlich vergessen wurde und die Dichte des Shampoos jetzt bei 1,8 g/ml liegt oder weil z.B. die Summe von Wasser- und Trockengehalt über 100% ist), dann wird das Ergebnis trotzdem gewertet. Der offensichtlich falsche Wert geht in die robuste Statistik nur mit geringer Wichtung ein, so dass das Gesamtergebnis für den errechneten Sollwert nicht wesentlich beeinflusst wird.
- Wird von einem Labor das Messergebnis nicht in einer den Vorgaben entsprechenden Maßeinheit genannt, z.B. [Pa*s] anstelle von [mPa*s] oder Chloridgehalt anstelle von Natriumchloridgehalt), so wird der Parameter für das Labor als unzureichend bewertet und nicht für die Berechnung der statistischen Kennwerte verwendet. Zur Information wird der Wert jedoch in den Ergebnissen aufgeführt. Dadurch wird die Statistik nicht durch einen offensichtlich fehlerhaften Wert verfälscht.
- Kann das Labor den Messwert nicht exakt bestimmen und gibt stattdessen die Bestimmungsgrenze- oder die Nachweisgrenze an, so wird der Parameter für das Labor als nicht abgegeben bewertet und geht somit nicht in die Laborbewertung ein. Der Messwert wird nicht für die Berechnung der statistischen Kennwerte verwendet. Zur Information wird der Wert jedoch in den Ergebnissen aufgeführt.

Produkt, Ergebnisübersicht pH-Wert

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 pH Wert; direkt, 20°C; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 1: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 36, (36)		Sollwert(berechnet): 4.23				
rel. VerglStdAbw: 1.53 %		Toleranzbereich: 4.09 bis 4.36 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.31 %						
L01: 4.365	L02: 4.215	L03: 4.225	L04: 4.215	L05: 4.215	L06: 4.210	L07: 4.275
L08: 4.255	L09: 4.285	L10: 4.170	L11: 4.290	L12: 4.200	L13: 4.225	L14: 4.130
	L16: 4.160	L17: 4.205	L18: 4.185	L19: 4.150	L20: 4.305	L21: 4.240
L22: 4.270	L23: 4.320	L24: 4.115	L25: 4.220	L26: 4.290	L27: 4.205	L28: 4.210
L29: 4.385	L30: 4.230	L31: 4.215	L32: 4.310	L33: 4.300	L34: 4.130	L35: 4.180
L36: 4.195	L37: 4.175					

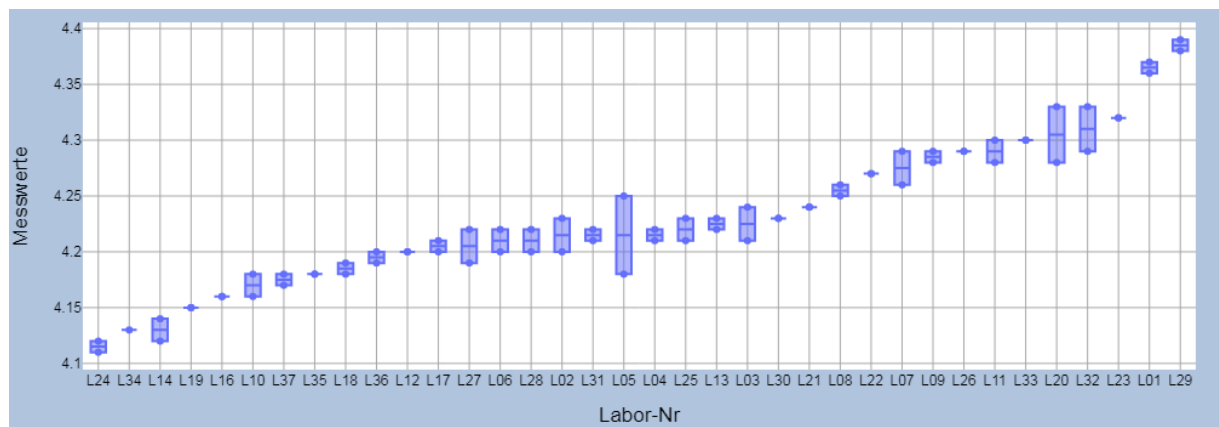


Abbildung 4: Produkt, pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

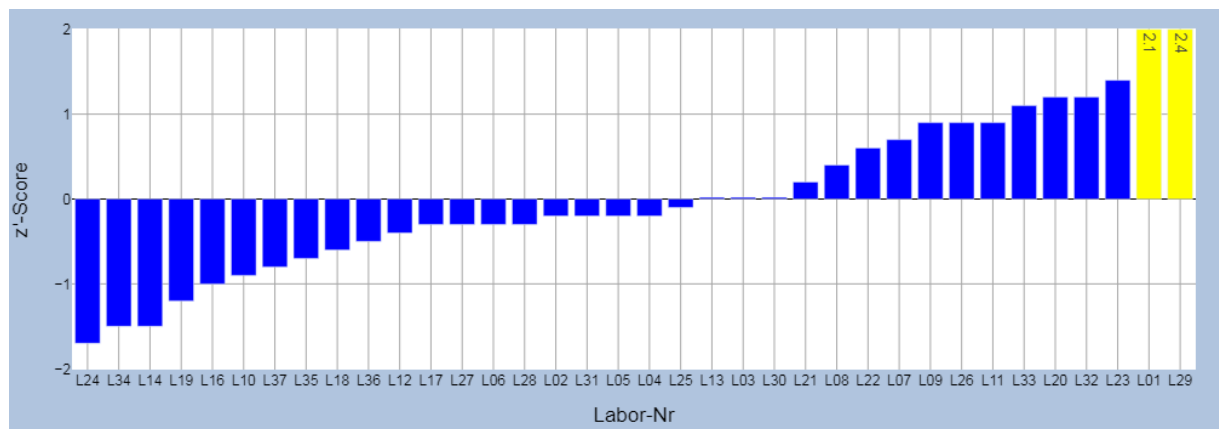


Abbildung 5: Produkt, pH-Wert; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht pH-Wert

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 pH Wert; 10 Gew-% in VE-Wasser, 20°C; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 2: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 37, (37)			Sollwert(berechnet): 7.32			
rel. VerglStdAbw: 1.52 %			Toleranzbereich: 7.09 bis 7.54 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 0.30 %						
L01: 7.315	L02: 7.380	L03: 7.265	L04: 7.405	L05: 7.015	L06: 7.310	L07: 7.040
L08: 7.020	L09: 7.305	L10: 7.280	L11: 7.295	L12: 7.305	L13: 7.120	L14: 7.250
L15: 6.995	L16: 7.365	L17: 7.375	L18: 7.210	L19: 7.415	L20: 7.365	L21: 7.290
L22: 7.435	L23: 7.360	L24: 7.330	L25: 7.330	L26: 7.305	L27: 7.420	L28: 7.475
L29: 6.985	L30: 7.300	L31: 7.375	L32: 7.515	L33: 7.500	L34: 7.415	L35: 7.375
L36: 7.045	L37: 7.425					

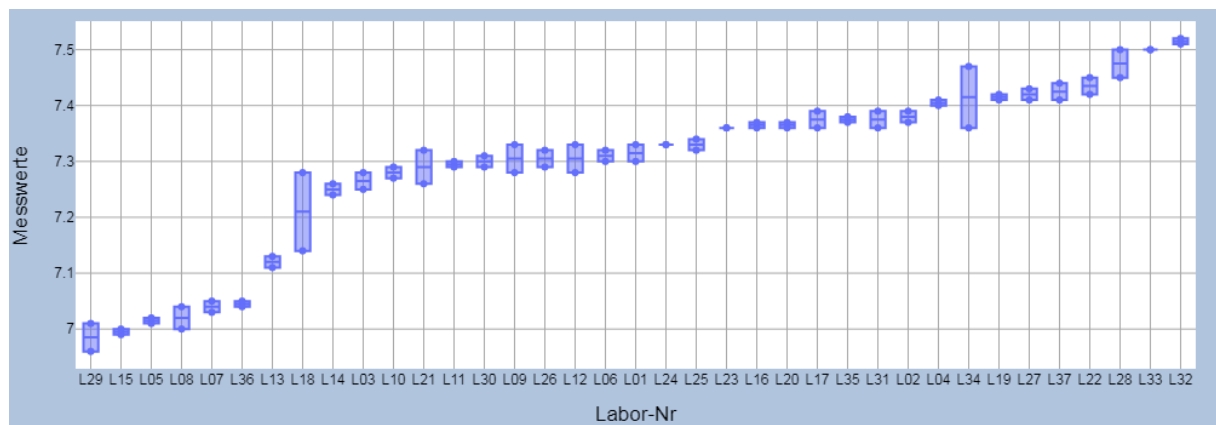


Abbildung 6: Rohstoff, pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

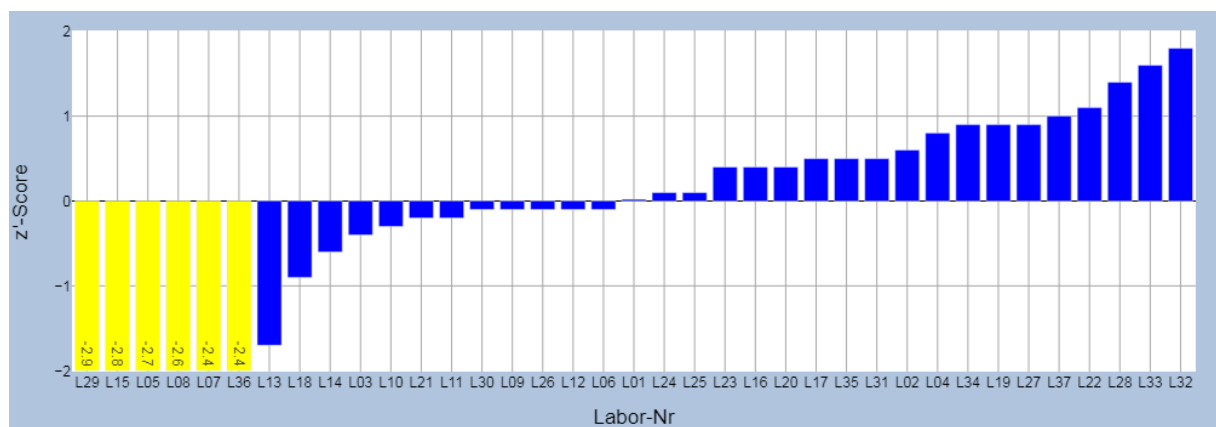


Abbildung 7: Rohstoff, pH-Wert; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

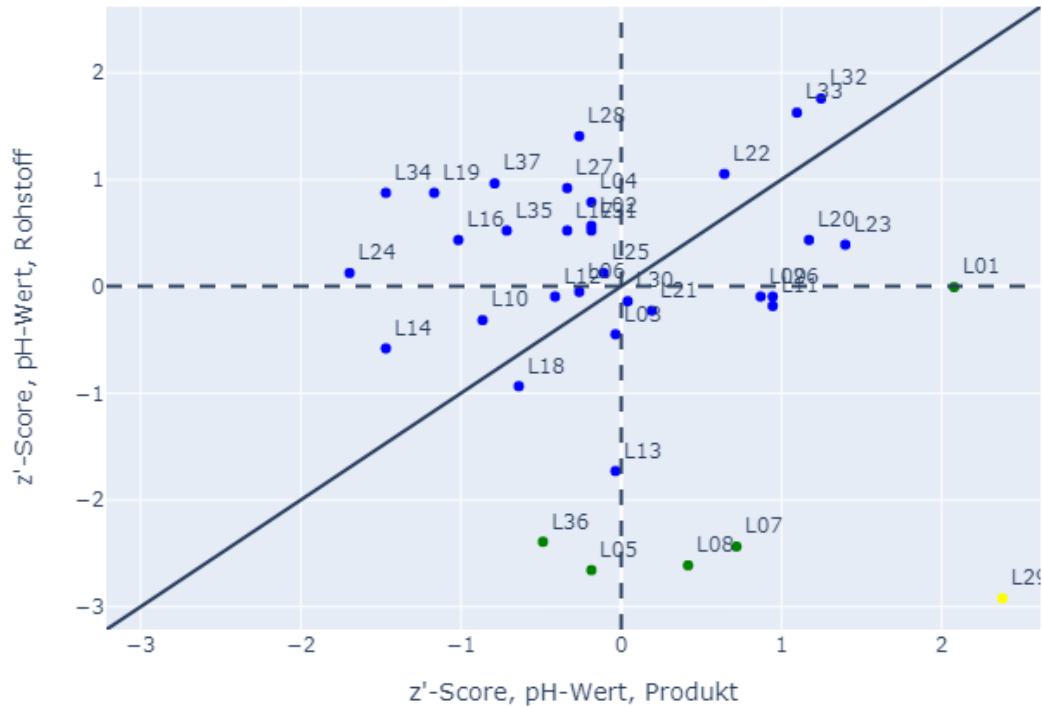


Abbildung 8: pH-Wert, z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal pH-Wert

Für das Produkt haben 36 Laboratorien den pH-Wert bestimmt, 34 waren erfolgreich. Für den Rohstoff haben 37 Laboratorien den pH-Wert bestimmt, 31 waren erfolgreich. Die relativen Vergleichsstandardabweichungen liegen im für dieses Merkmal typisch niedrigen Bereich von 1,5%.

Wie aus dem Youden-Plot ersichtlich ist, gibt es keinen deutlichen Zusammenhang zwischen den Abweichungen vom Sollwert beim Produkt verglichen mit den Abweichungen vom Sollwert beim Rohstoff.

Produkt, Ergebnisübersicht Dichte

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Dichte [g/ml]; Biegeschwinger, 20°C; Ergebnisangabe mit 4 Nachkommastellen

Tabelle 3: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 30, (30)		Sollwert(berechnet): 0.9991				
rel. VerglStdAbw: 0.39 %		Toleranzbereich: 0.9911 bis 1.0072 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.04 %						
L01: 0.99550		L03: 1.00225	<i>L04: 0.98130</i>	L05: 1.00450	<i>L06: 0.98690</i>	L07: 1.00230
L08: 0.99140	L09: 1.00105	L10: 0.99965	L11: 0.99675	L12: 0.99870	L13: 0.99615	L14: 1.00125
	<i>L16: 0.97285</i>	L17: 0.99850	<i>L18: 0.99005</i>	L19: 0.99990	L20: 1.00255	L21: 0.99860
L22: 1.00110	L23: 0.99920	L24: 1.00125			L27: 1.00255	L28: 1.00000
L29: 0.99350	L30: 1.00160		L32: 1.00170		L34: 0.99870	
L36: 0.99885	<i>L37: 1.04250</i>					

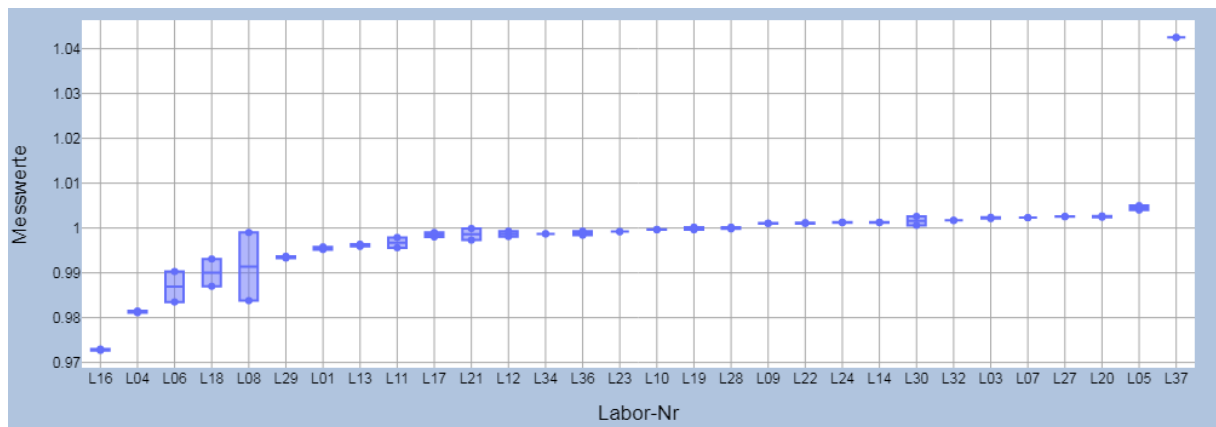


Abbildung 9: Produkt, Dichte, graphische Darstellung der Messwerte



Abbildung 10: Produkt, Dichte; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Dichte

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Dichte [g/ml]; Biegeschwinger, 20°C; Ergebnisangabe mit 4 Nachkommastellen

Tabelle 4: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 31, (31)		Sollwert(berechnet): 1.0420				
rel. VerglStdAbw: 0.04 %		Toleranzbereich: 1.0410 bis 1.0429 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.01 %						
L01: 1.04145		L03: 1.04255	<i>L04: 1.02765</i>	L05: 1.04230	L06: 1.04180	L07: 1.04180
L08: 1.04125	L09: 1.04200	L10: 1.04210	L11: 1.04175	L12: 1.04200	<i>L13: 1.04010</i>	L14: 1.04205
	<i>L16: 1.04385</i>	L17: 1.04200	L18: 1.04195	L19: 1.04215	L20: 1.04205	L21: 1.04245
<i>L22: 1.00175</i>	L23: 1.04145	L24: 1.04230		L26: 1.04200	L27: 1.04190	L28: 1.04180
L29: 1.04215	L30: 1.04220		L32: 1.04190		L34: 1.04180	
L36: 1.04160	<i>L37: 1.00110</i>					

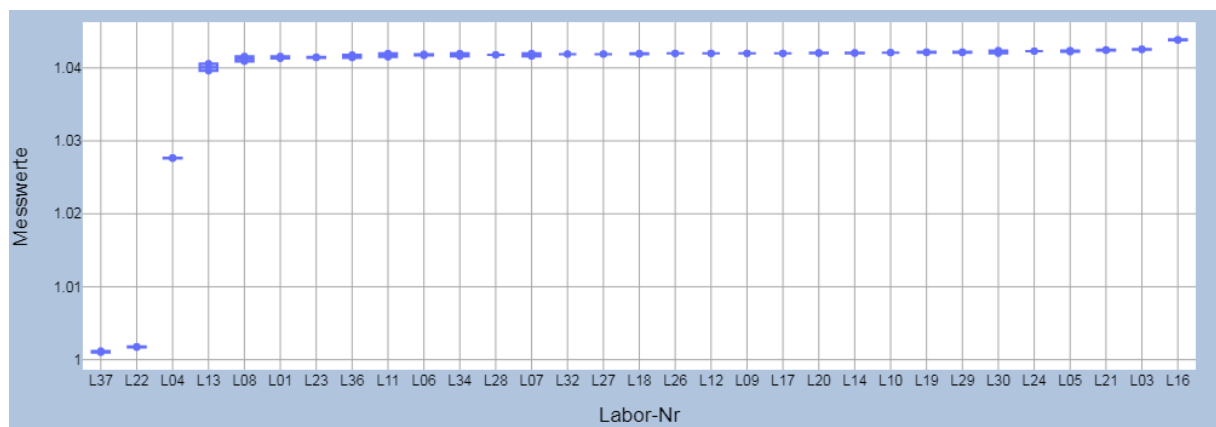


Abbildung 11: Rohstoff, Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

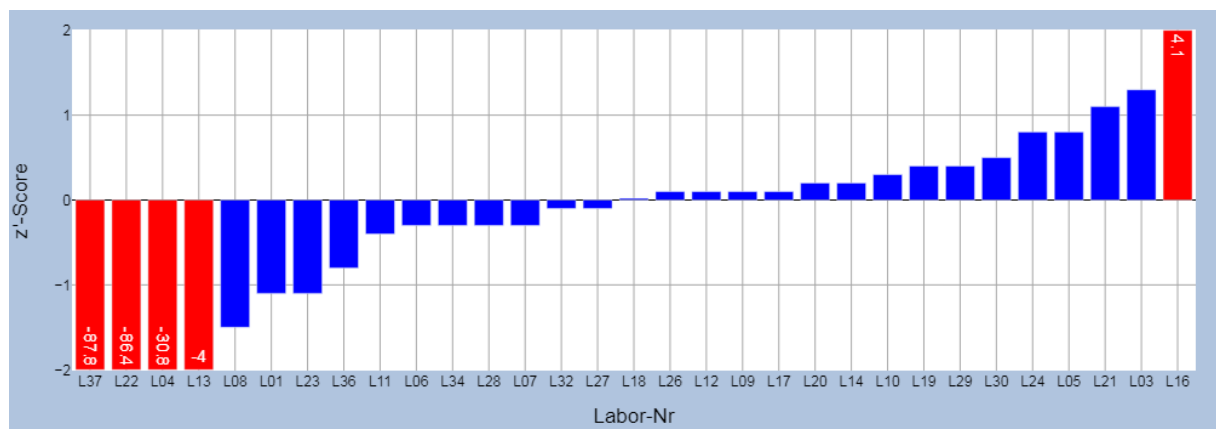


Abbildung 12: Rohstoff, Dichte; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

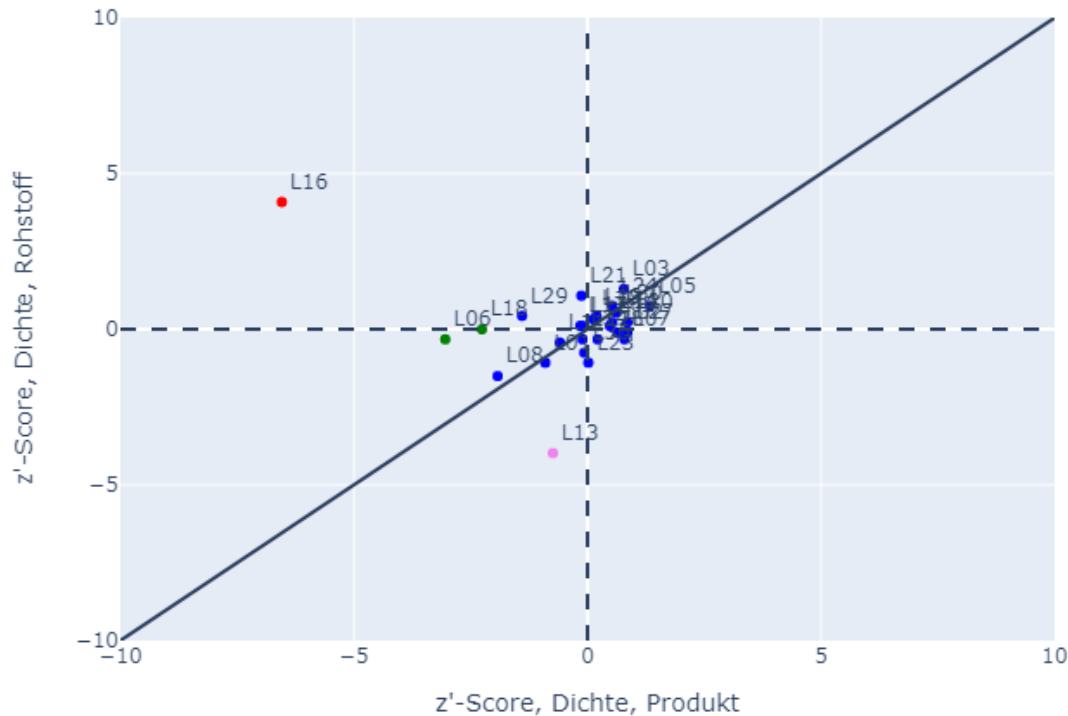


Abbildung 13: Dichte, z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Dichte

Für das Produkt haben 30 Laboratorien die Dichte bestimmt, 25 waren erfolgreich. Für den Rohstoff haben 31 Laboratorien die Dichte bestimmt, 26 waren erfolgreich.

Bei den Ergebnissen fällt auf, dass Labor 37 mutmaßlich die Proben vertauscht hat, Labor 22 hat möglicherweise das Produkt doppelt vermessen.

Bei der Dichtebestimmung zeigen die Labore 6, 8 und 18 ungewöhnlich hohe Schwankungen zwischen den Messwerten des Produktes. Dies sollte zum Anlass genommen werden, auf saubere Durchführung der Messungen zu achten, insbesondere was die Bildung von Luftblasen angeht.

Labor 16 hat die Dichte des Rohstoffs zu hoch, die des Produktes zu niedrig bestimmt.

Die meisten Labore haben die Dichte mit einem Biegeschwinger bestimmt, in den Laboren 4 und 20 kamen Pyknometer zum Einsatz, wobei Labor 4 für beide Proben zu niedrige Werte bestimmt hat, während Labor 20 korrekte Ergebnisse erhielt.

Hier deutet der Youden-Plot auf einen mäßigen Zusammenhang zwischen den Abweichungen vom Sollwert beim Produkt und beim Rohstoff hin.

Produkt, Ergebnisübersicht Wassergehalt

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Wassergehalt [g/100g]; Karl-Fischer; Ergebnisangabe mit 1 Nachkommastelle

Tabelle 5: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 20, (20)		Sollwert(berechnet): 59.2				
rel. VerglStdAbw: 2.14 %		Toleranzbereich: 56.5 bis 61.8 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.64 %						
				L05: 59.95		L07: 57.32
L08: 59.36	L09: 58.95	L10: 60.00	L11: 59.30	L12: 57.45		
	L16: 58.23		L18: 59.60	L19: 58.80	L20: 59.70	L21: 57.80
L22: 57.93					L27: 61.65	L28: 63.35
L29: 67.09	L30: 59.35				L34: 59.42	L35: 59.95
	L37: 59.40					

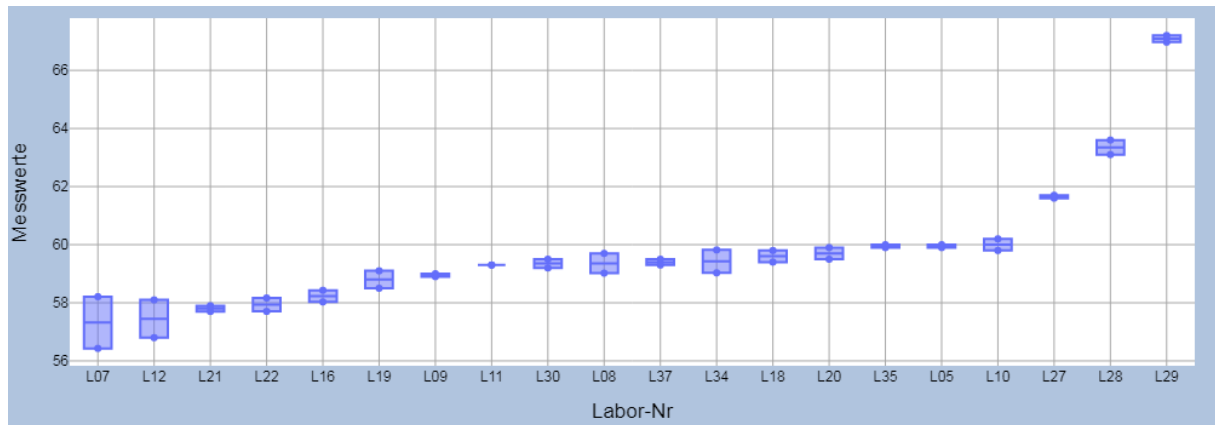


Abbildung 14: Produkt, Wassergehalt, graphische Darstellung der Messwerte

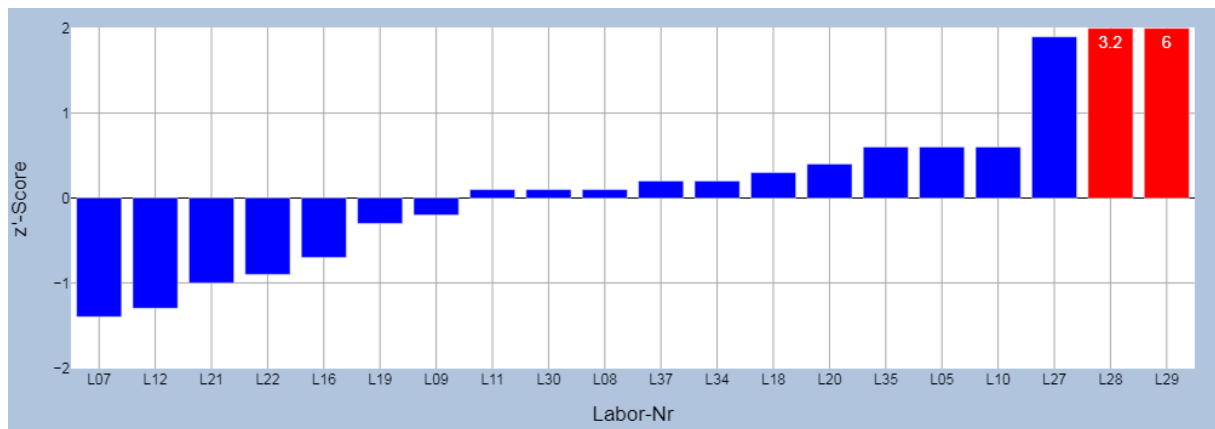


Abbildung 15: Produkt, Wassergehalt; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Wassergehalt

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Wassergehalt [g/100g]; Karl-Fischer; Ergebnisangabe mit 1 Nachkommastelle

Tabelle 6: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 22, (22)		Sollwert(berechnet): 71.4				
rel. VerglStdAbw: 2.39 %		Toleranzbereich: 67.9 bis 74.9 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.31 %						
				L05: 71.75		L07: 70.07
L08: 25.81	L09: 69.15	L10: 70.34	L11: 71.25	L12: 72.40	L13: 77.60	
			L18: 72.50	L19: 73.15	L20: 71.15	L21: 71.00
L22: 71.55		L24: 72.85	L25: 69.25		L27: 68.70	L28: 71.55
L29: 71.62	L30: 71.35				L34: 73.31	L35: 72.10
	L37: 71.15					

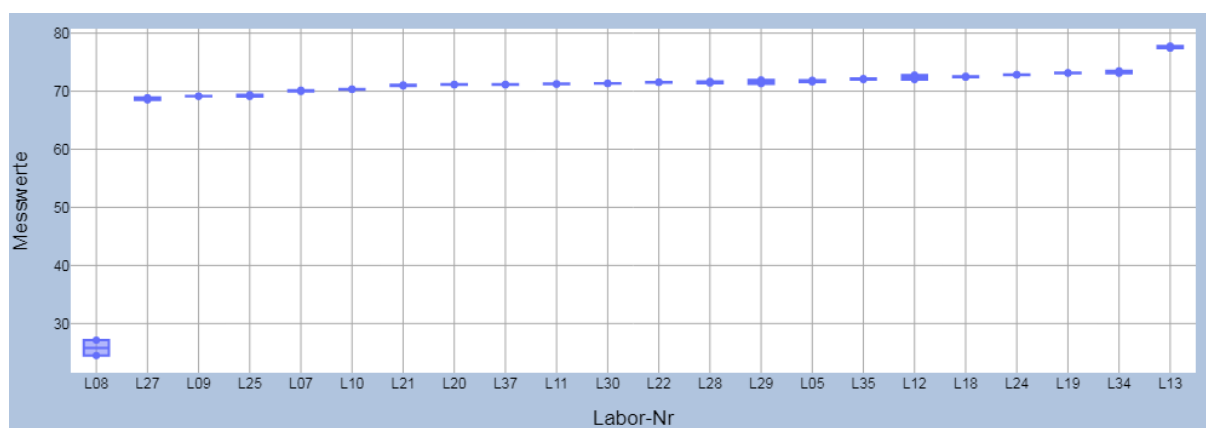


Abbildung 16: Rohstoff, Wassergehalt, graphische Darstellung der Messwerte

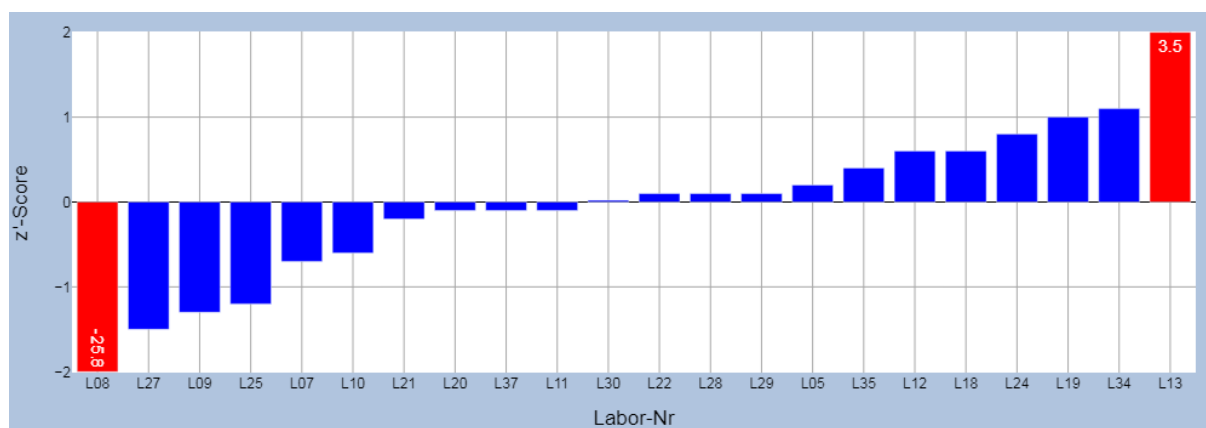


Abbildung 17: Rohstoff, Wassergehalt; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

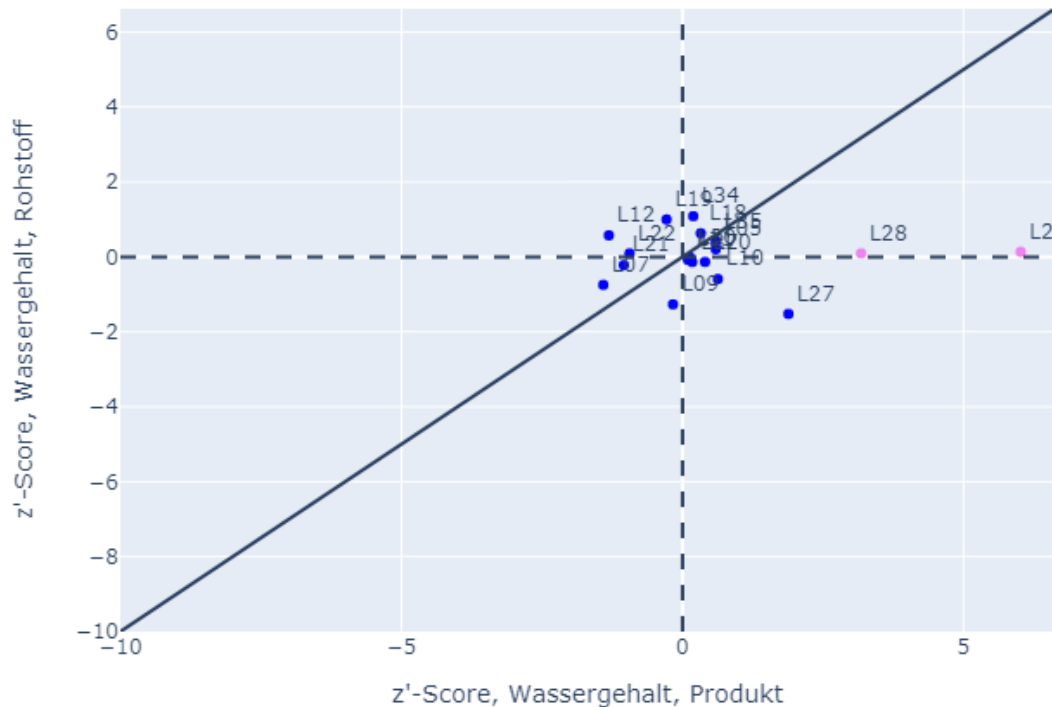


Abbildung 18: Wassergehalt, z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Wassergehalt

Für das Produkt haben 20 Laboratorien den Parameter Wassergehalt bestimmt, 18 waren erfolgreich. Für den Rohstoff haben 22 Laboratorien den Wassergehalt bestimmt, 20 waren erfolgreich.

Sowohl beim Produkt wie auch beim Rohstoff fällt die für diesen Parameter niedrige relative Vergleichsstandardabweichung auf.

Labor 29 hat den Wassergehalt des Produktes aufgrund von Löslichkeitsproblemen als Differenz zum Trockenrückstand ermittelt und erhielt einen zu hohen Wert. Andere Labore berichteten nicht von Löslichkeitsproblemen.

Labor 08 hat die Bestimmung des Wassergehaltes beim Rohstoff möglicherweise über die Messung des Trockenrückstandes durchgeführt. Bei Angabe des Trockenverlustes hätte das Labor diesen Parameter erfolgreich bestimmt.

Wie aus dem Youden-Plot ersichtlich ist, gibt es keinen deutlichen Zusammenhang zwischen den Abweichungen vom Sollwert beim Produkt verglichen mit den Abweichungen vom Sollwert beim Rohstoff.

Produkt, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Trockenrückstand [g/100g]; Infrarot-Trockner 105°C, auf Filter für IR-Trockner, E=1,5g,
 Gewichtskonstanz; Ergebnisangabe mit 1 Nachkommastelle

Tabelle 7: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 25, (25)		Sollwert(berechnet): 33.3				
rel. VerglStdAbw: 10.66 %		Toleranzbereich: 26.0 bis 40.6 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.94 %						
		L03: 36.40	L04: 25.45	L05: 35.10	L06: 31.50	L07: 36.80
	L09: 31.10	L10: 35.24	L11: 35.05		L13: 35.50	L14: 31.98
	L16: 29.80	L17: 35.75	L18: 28.95	L19: 38.00	L20: 34.05	L21: 35.65
L22: 27.93				L26: 35.00	L27: 38.55	L28: 33.60
L29: 32.91			L32: 33.85		L34: 28.86	L35: 31.55
	L37: 32.00					

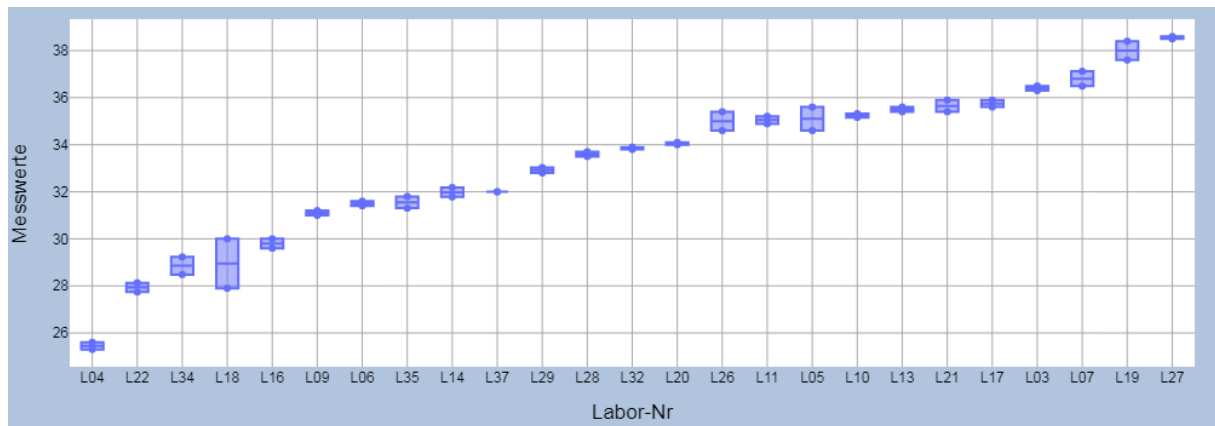


Abbildung 19: Produkt, Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

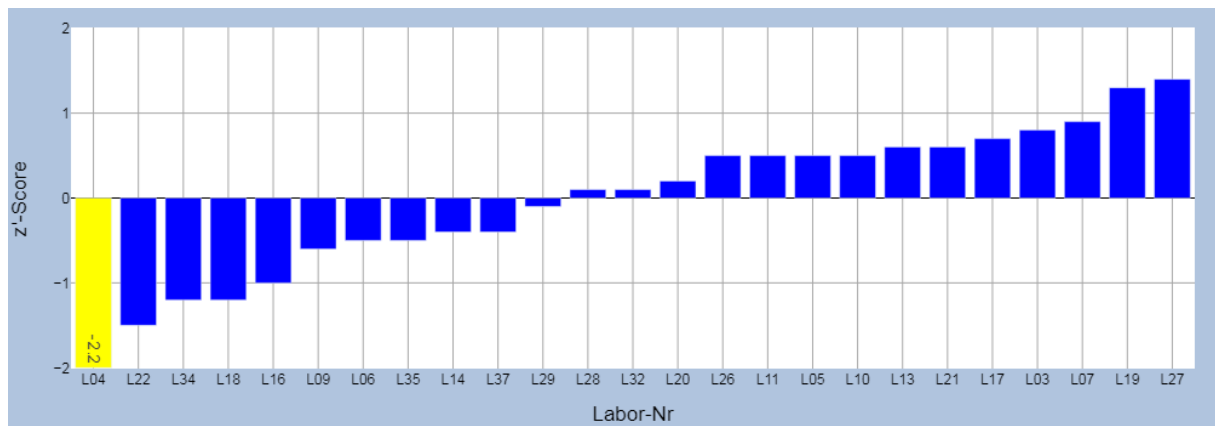


Abbildung 20: Produkt, Trockenrückstand; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Trockenrückstand [g/100g]; Infrarot-Trockner 105°C, auf Filter für IR-Trockner, E=1,5g,
 Gewichtskonstanz; Ergebnisangabe mit 1 Nachkommastelle

Tabelle 8: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 26, (26)		Sollwert(berechnet): 28.2				
rel. VerglStdAbw: 2.23 %		Toleranzbereich: 26.9 bis 29.5 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.60 %						
		L03: 28.25	L04: 26.45		L06: 28.70	L07: 28.79
	L09: 27.10	L10: 28.24	L11: 27.95		L13: 28.00	L14: 28.27
	L16: 30.05	L17: 29.00	L18: 27.25	L19: 26.50	L20: 28.30	L21: 28.50
L22: 27.93	L23: 37.39	L24: 27.90		L26: 29.25	L27: 31.90	L28: 28.30
L29: 28.29			L32: 28.30		L34: 28.27	L35: 28.50
	L37: 28.15					

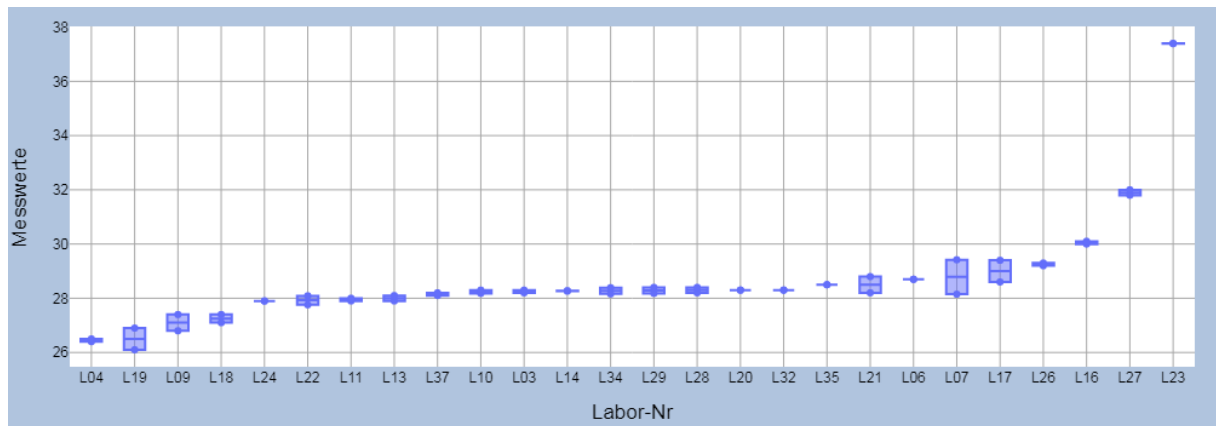


Abbildung 21: Rohstoff, Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

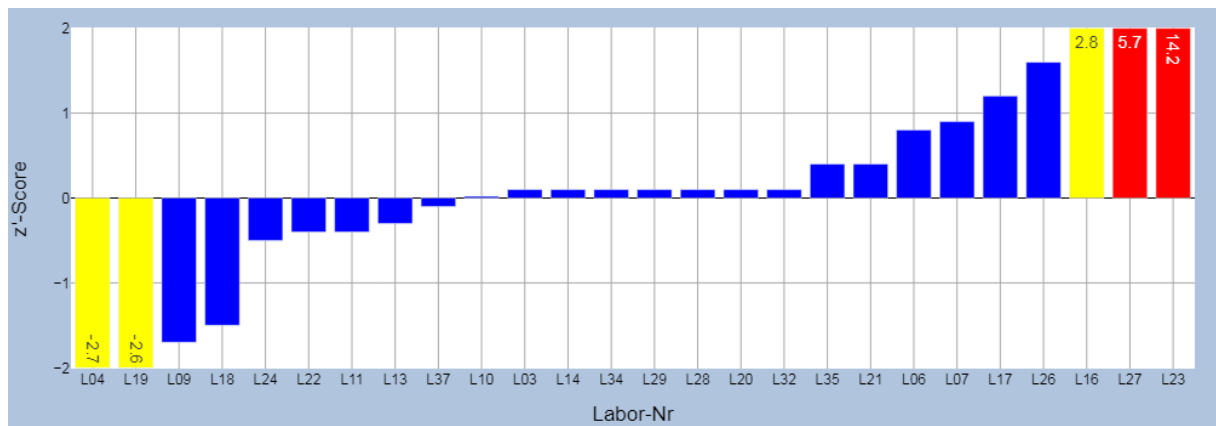


Abbildung 22: Rohstoff, Trockenrückstand; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer



Abbildung 23: Trockenrückstand, z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Trockenrückstand

Für das Produkt haben 25 Laboratorien den Trockenrückstand bestimmt, 24 waren erfolgreich. Für den Rohstoff haben 26 Laboratorien den Trockenrückstand bestimmt, 21 waren erfolgreich.

Hier ist die relative Vergleichsstandardabweichung aufgrund der einfacheren Zusammensetzung ohne schwerflüchtige Inhaltsstoffe für den Rohstoff signifikant niedriger als für das Produkt. Für den Rohstoff erhalten ungewöhnlich viele Labore Messwerte außerhalb der Toleranzgrenzen, ein Grund hierfür ist nicht offensichtlich.

Hier deutet der Youden-Plot auf einen mäßigen Zusammenhang zwischen den Abweichungen vom Sollwert beim Produkt und beim Rohstoff hin.

Produkt, Ergebnisübersicht Formaldehyd (gesamt)

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Formaldehyd (gesamt) [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 9: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 5, (5)	Sollwert(berechnet): 30
rel. VerglStdAbw: 112.10 %	Toleranzbereich: -48 bis 108 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 2.63 %	

					L07: 76.5
			L11: 28.5		
	L16: 2.8			L20: 30.0	
				L34: 14.0	

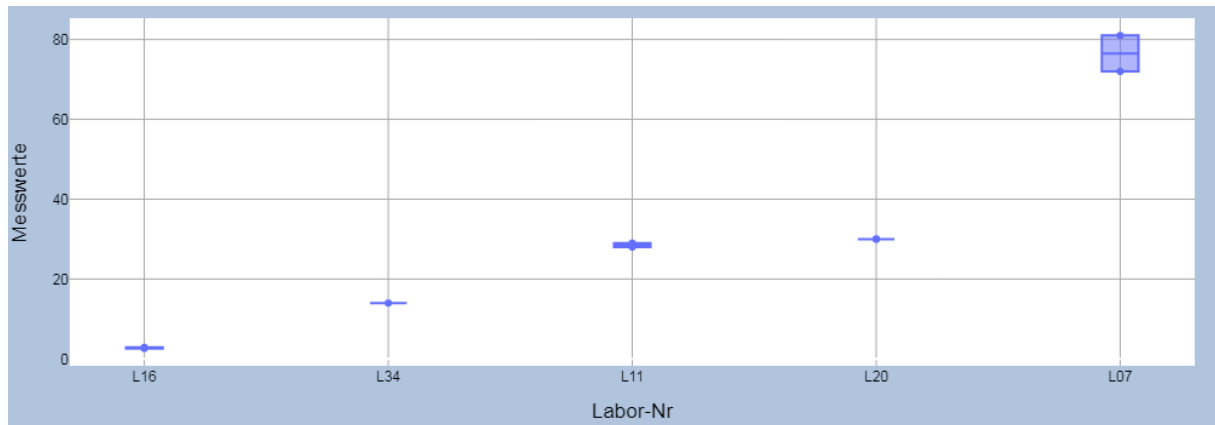


Abbildung 24: Produkt, Formaldehyd (gesamt), graphische Darstellung der Messwerte

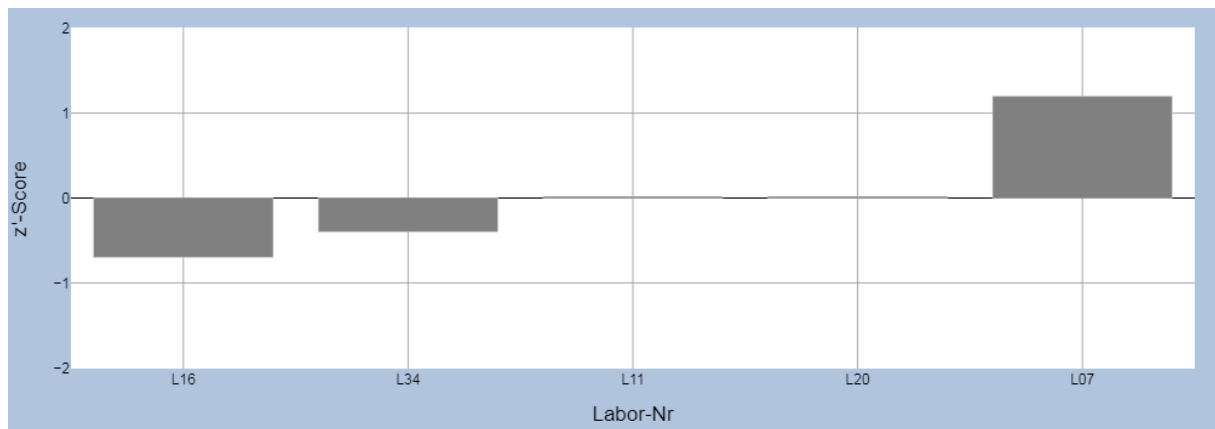


Abbildung 25: Produkt, Formaldehyd (gesamt); graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Formaldehyd (gesamt)

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Formaldehyd (gesamt) [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 10: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 6, (6)	Sollwert(berechnet): 365
rel. VerglStdAbw: 26.14 %	Toleranzbereich: 151 bis 579 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 2.30 %	
	<i>L07: 985.0</i>
	L11: 378.0
<i>L16: 65.8</i>	L20: 417.5
L22: 375.0	
	L34: 420.0

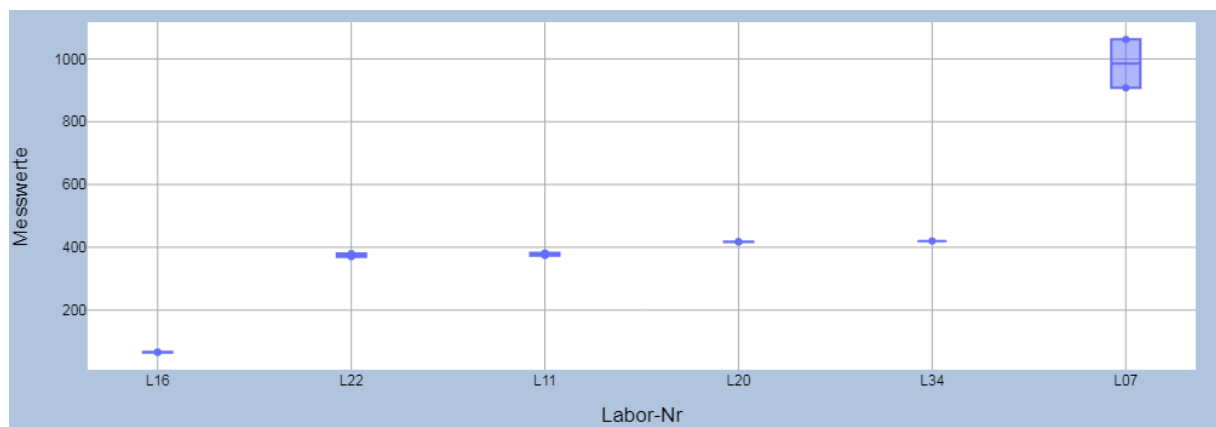


Abbildung 26: Rohstoff, Formaldehyd (gesamt), graphische Darstellung der Messwerte

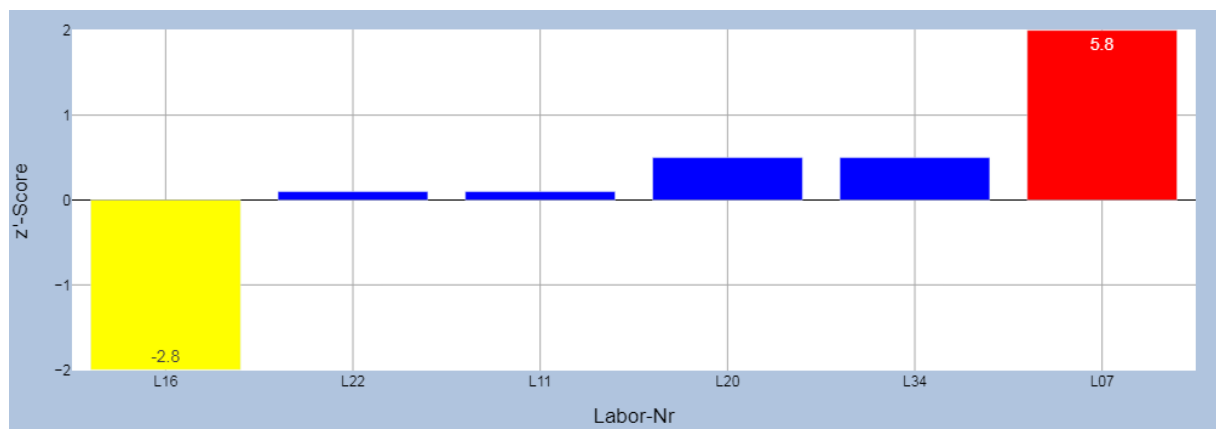


Abbildung 27: Rohstoff, Formaldehyd (gesamt); graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

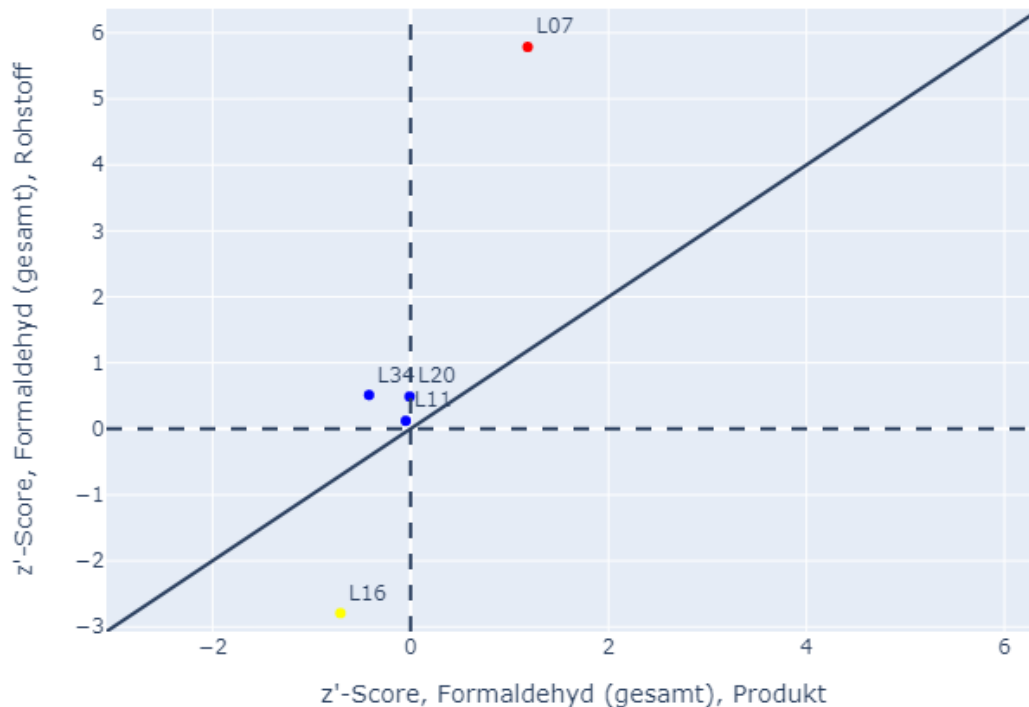


Abbildung 28: Formaldehyd (gesamt), z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Formaldehyd (gesamt)

Für das Produkt haben 5 Laboratorien Ergebnisse für dieses Merkmal abgegeben, aufgrund der zu geringen Zahl wird dieser Parameter nicht gewertet.

Für den Rohstoff haben 6 Laboratorien Formaldehyd (gesamt) bestimmt, 4 waren erfolgreich.

Hier fällt beim Produkt der extreme hohe Schwankungsbereich der abgegebenen Werte auf, es errechnet sich eine relative Vergleichsstandardabweichung von >100%.

Sowohl beim Produkt als auch bei Rohstoff gibt Labor 7 die höchsten, Labor 16 die niedrigsten Werte aller Teilnehmer an. Dies deutet auf systematische Abweichungen hin.

Produkt, Ergebnisübersicht Formaldehyd (frei)

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Formaldehyd (frei) [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 11: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 6, (6)	Sollwert(berechnet): 21
rel. VerglStdAbw: 31.21 %	Toleranzbereich: 6 bis 36 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 4.98 %	

			L11: 21.0		
	L16: 1.6			L20: 20.0	
L22: 20.6			L25: 26.0		
			L33: 27.1		

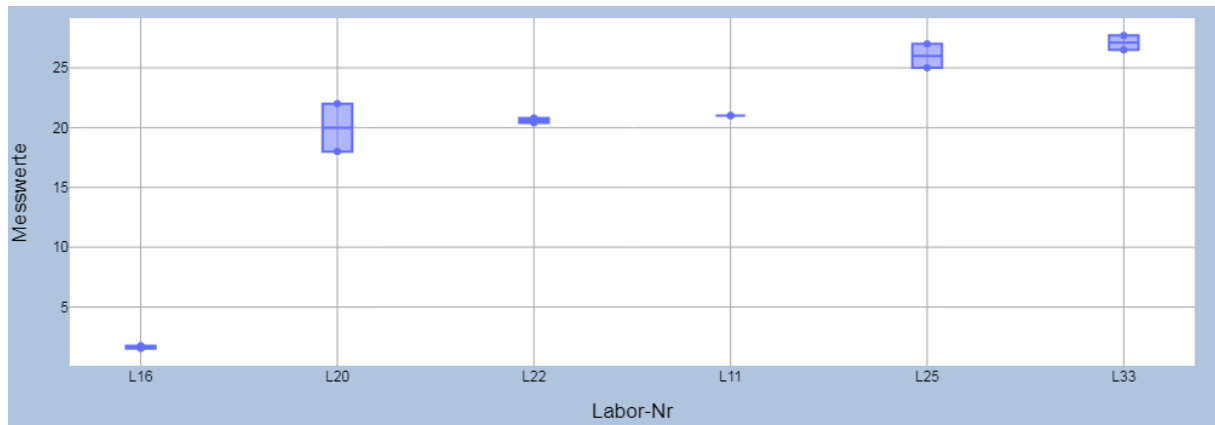


Abbildung 29: Produkt, Formaldehyd (frei), graphische Darstellung der Messwerte

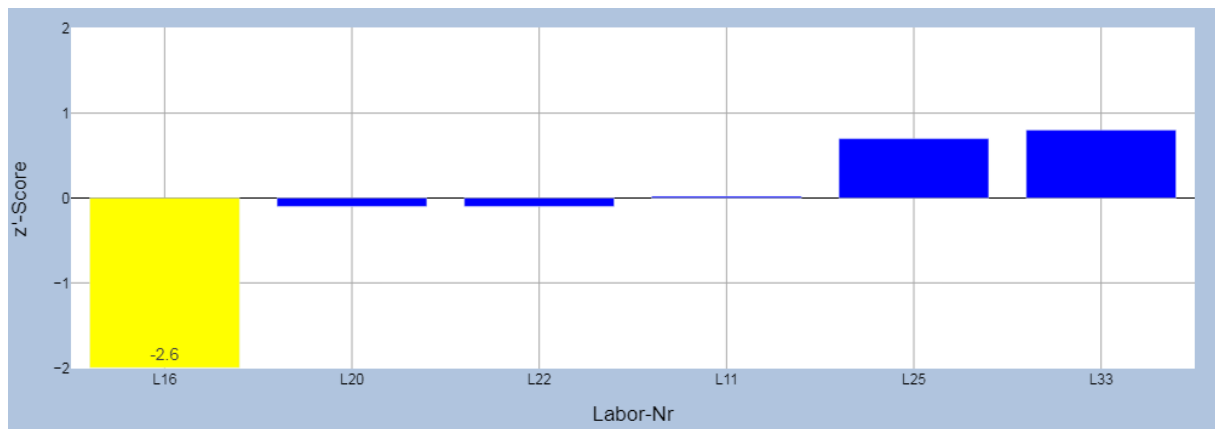


Abbildung 30: Produkt, Formaldehyd (frei); graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Formaldehyd (frei)

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Formaldehyd (frei) [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 12: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 8, (8)		Sollwert(berechnet): 389				
rel. VerglStdAbw: 15.17 %		Toleranzbereich: 260 bis 518 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 1.08 %						
L08: 367.0			L11: 338.5	L12: 470.0		
	L16: 26.0				L20: 409.5	
L22: 387.5			L25: 393.0			
				L33: 356.0		

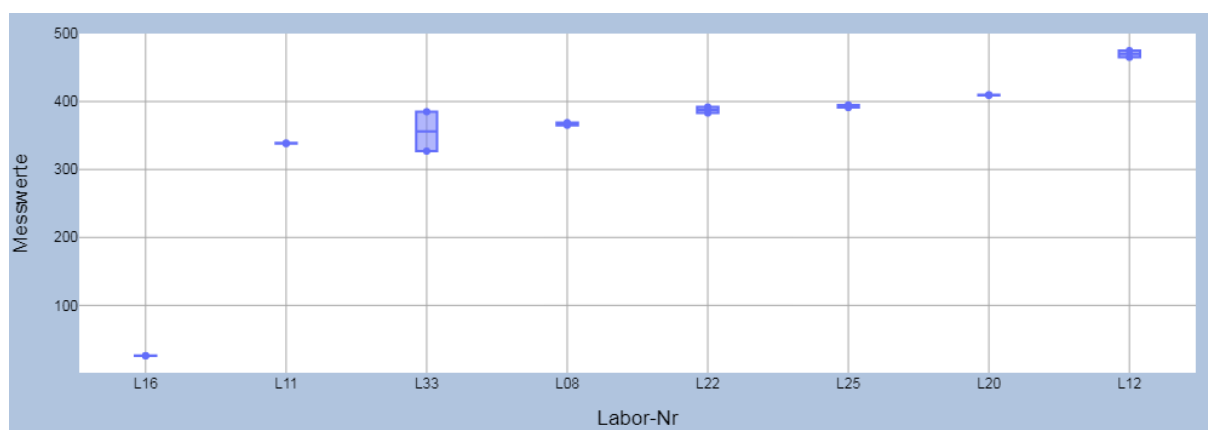


Abbildung 31: Rohstoff, Formaldehyd (frei), graphische Darstellung der Messwerte

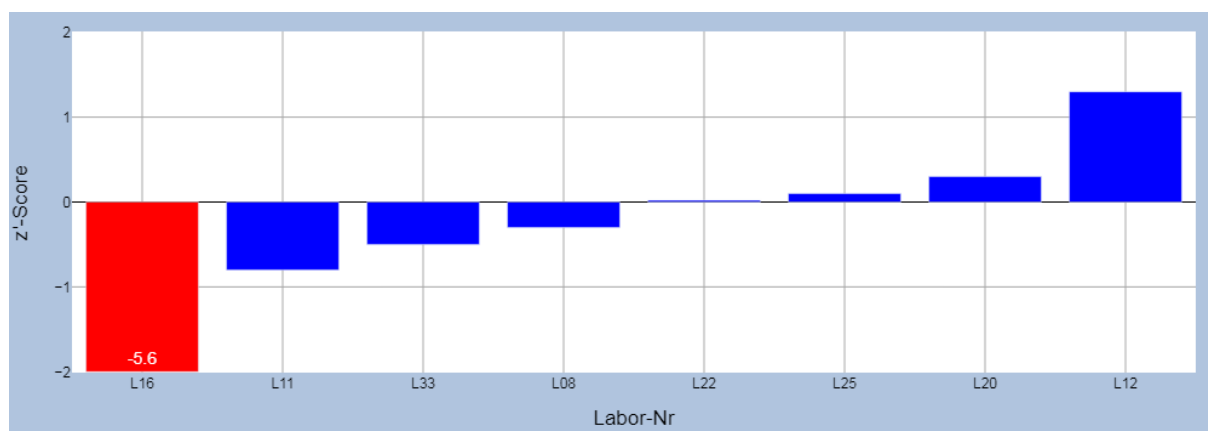


Abbildung 32: Rohstoff, Formaldehyd (frei); graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

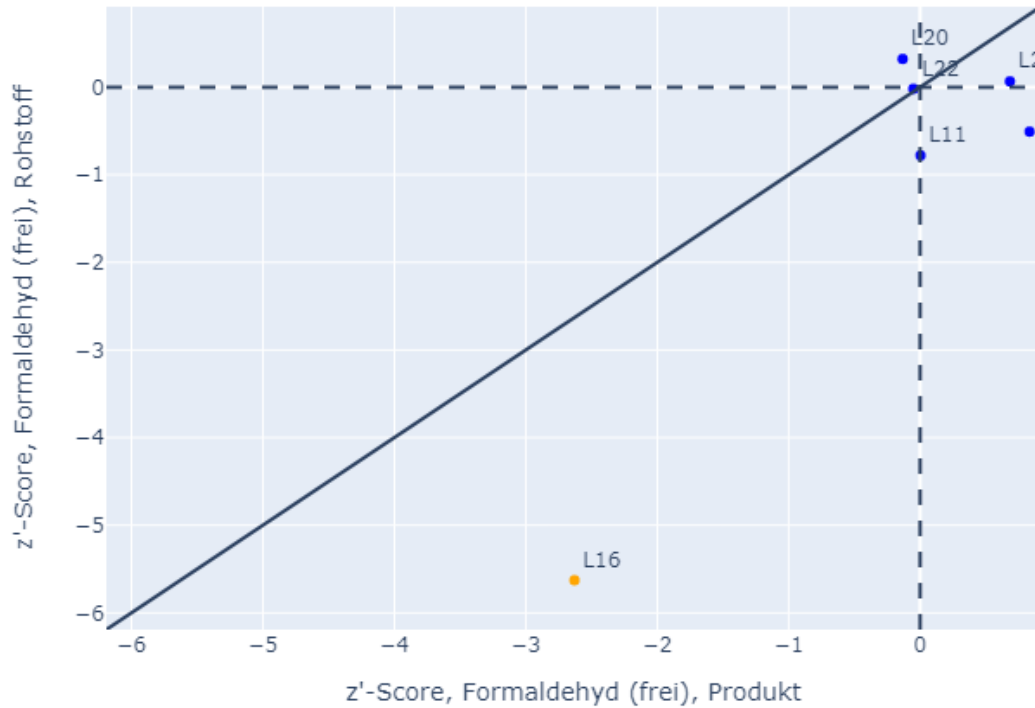


Abbildung 33: Formaldehyd (frei), z'-Score

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Formaldehyd (frei)

Für das Produkt haben 6 Laboratorien freies Formaldehyd bestimmt, 5 waren erfolgreich.

Für den Rohstoff haben 8 Laboratorien freies Formaldehyd bestimmt, 7 waren erfolgreich.

Der Rohstoff enthält gemäß Rezeptur ausschließlich freies Formaldehyd und keine Abspalter, die beiden Parameter freies und gesamt Formaldehyd sollten also gleich sein, was die Labore im Rahmen der Vergleichsstandardabweichung auch wiederfinden.

Auch hier, wie schon beim gesamt Formaldehyd, findet Labor 16 deutlich zu niedrige Werte.

Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 10/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s,100/s,
 Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 10/s; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 13: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)		Sollwert(berechnet): 5777			
rel. VerglStdAbw: 59.53 %		Toleranzbereich: -1674 bis 13227 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 4.64 %					
				L06: 5549.0	L07: 3985.5
	L09: 5.0				
	L16: 9048.0				L21: 6595.0
			L32: 7065.0		L35: 5022.5
L36: 4465.0	L37: 9640.9				

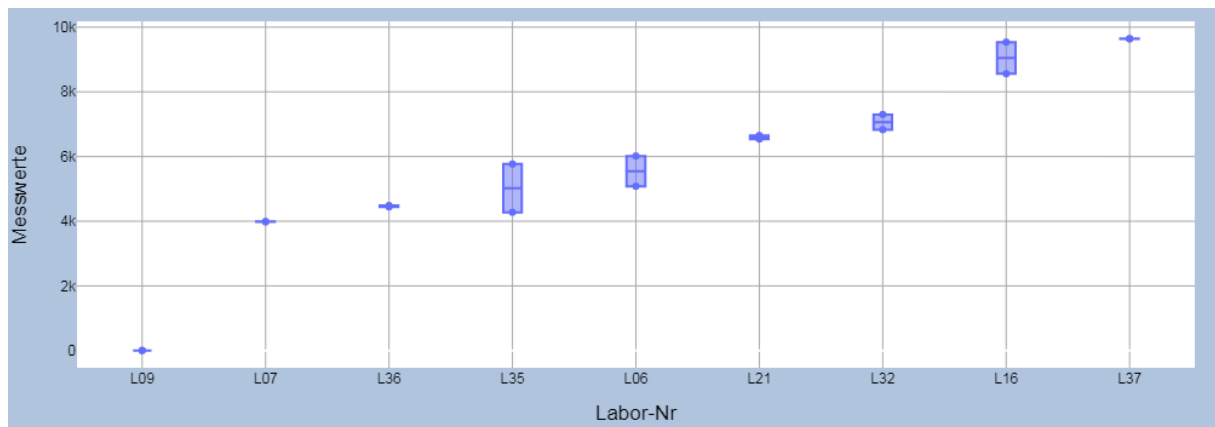


Abbildung 34: Produkt, DIN Viskosität, 10/s, graphische Darstellung der Messwerte

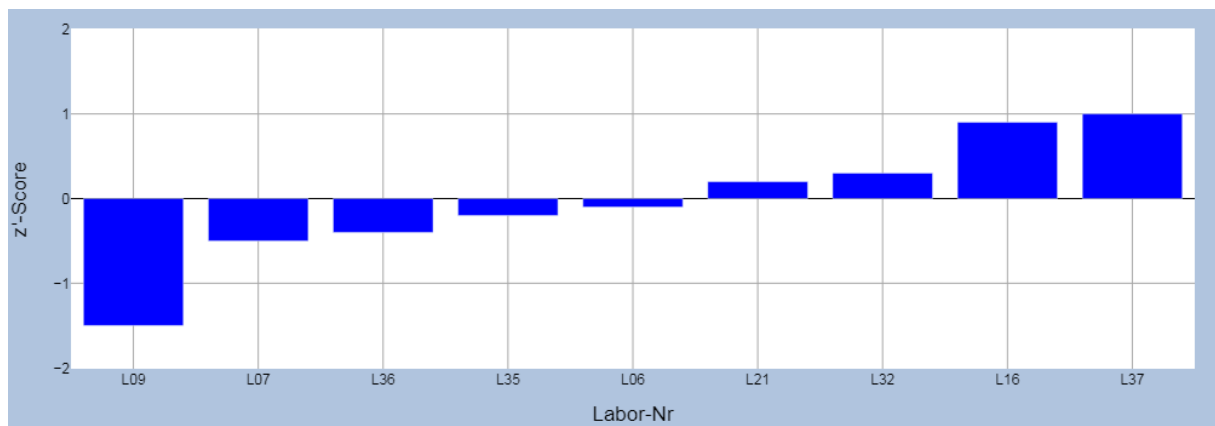


Abbildung 35: Produkt, DIN Viskosität, 10/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 50/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s,100/s,
 Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 50/s; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 14: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)	Sollwert(berechnet): 1693
rel. VerglStdAbw: 33.58 %	Toleranzbereich: 461 bis 2924 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 3.64 %	
	L06: 1627.5
	L07: 1464.5
	L09: 2.0
	L16: 2183.5
	L21: 1650.0
	L32: 2015.0
	L35: 1370.0
L36: 1762.0	L37: 2320.6

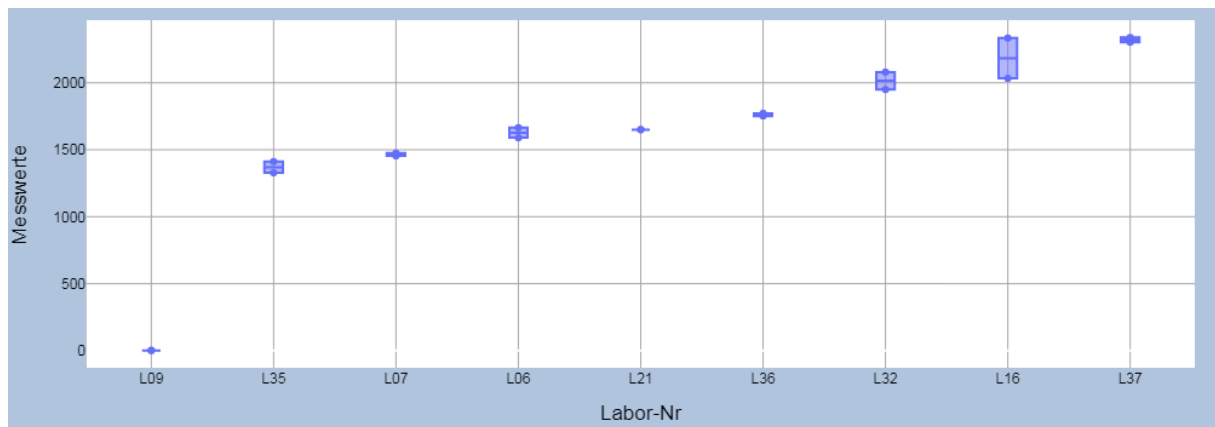


Abbildung 36: Produkt, DIN Viskosität, 50/s, graphische Darstellung der Messwerte

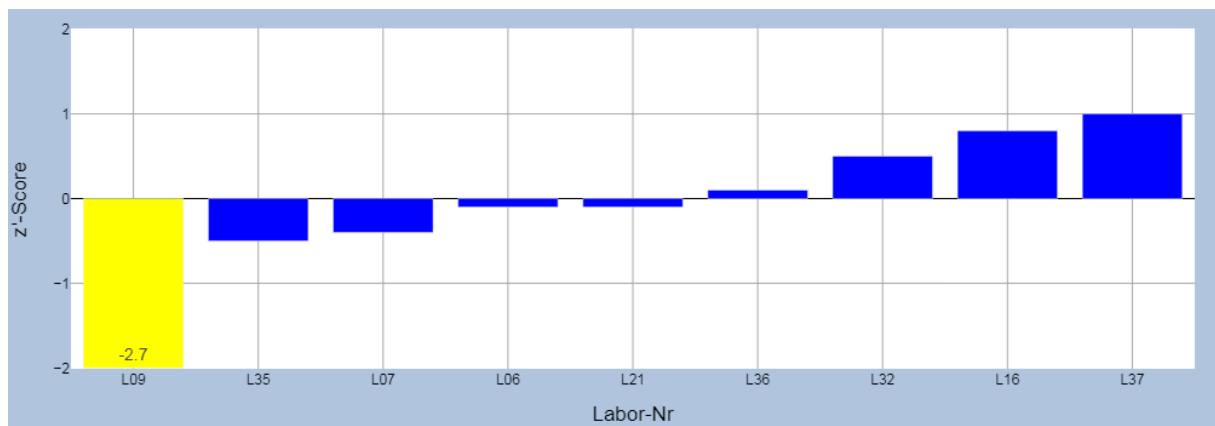


Abbildung 37: Produkt, DIN Viskosität, 50/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Produkt, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 100/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s,100/s,
 Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 100/s; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 15: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)		Sollwert(berechnet): 977			
rel. VerglStdAbw: 34.45 %		Toleranzbereich: 248 bis 1706 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 1.44 %					
				L06: 990.5	L07: 735.0
	L09: 2.0				
	L16: 1242.0				L21: 959.5
			L32: 1155.0		L35: 823.5
L36: 1169.0	L37: 1247.0				

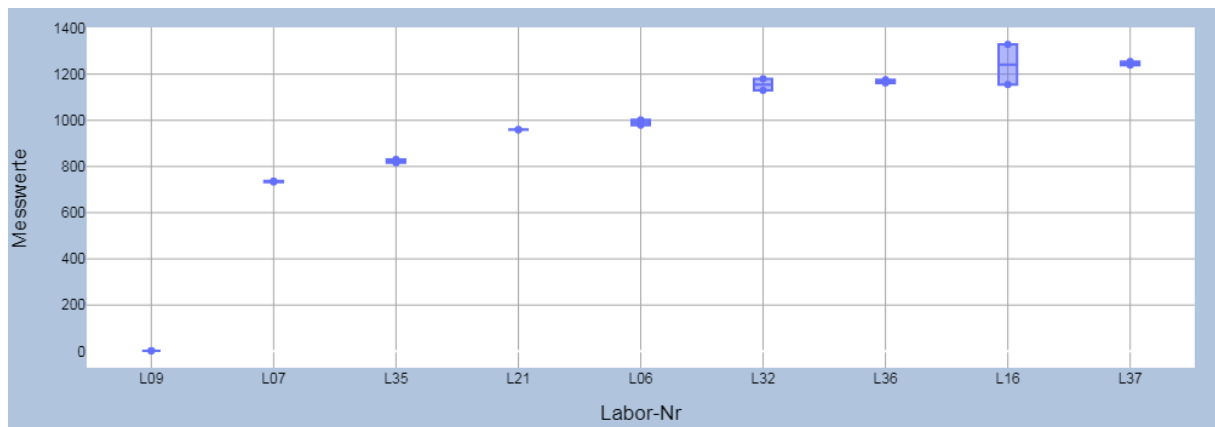


Abbildung 38: Produkt, DIN Viskosität, 100/s, graphische Darstellung der Messwerte

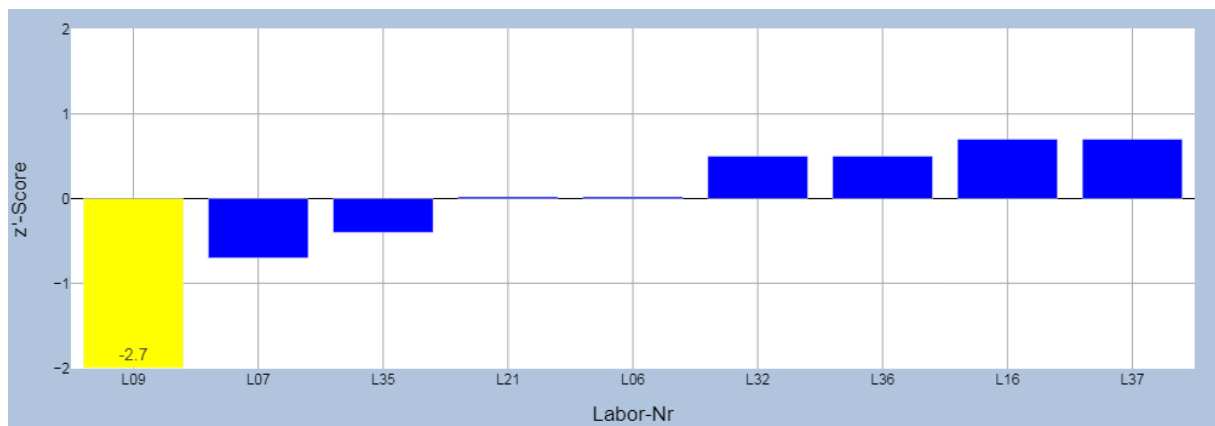
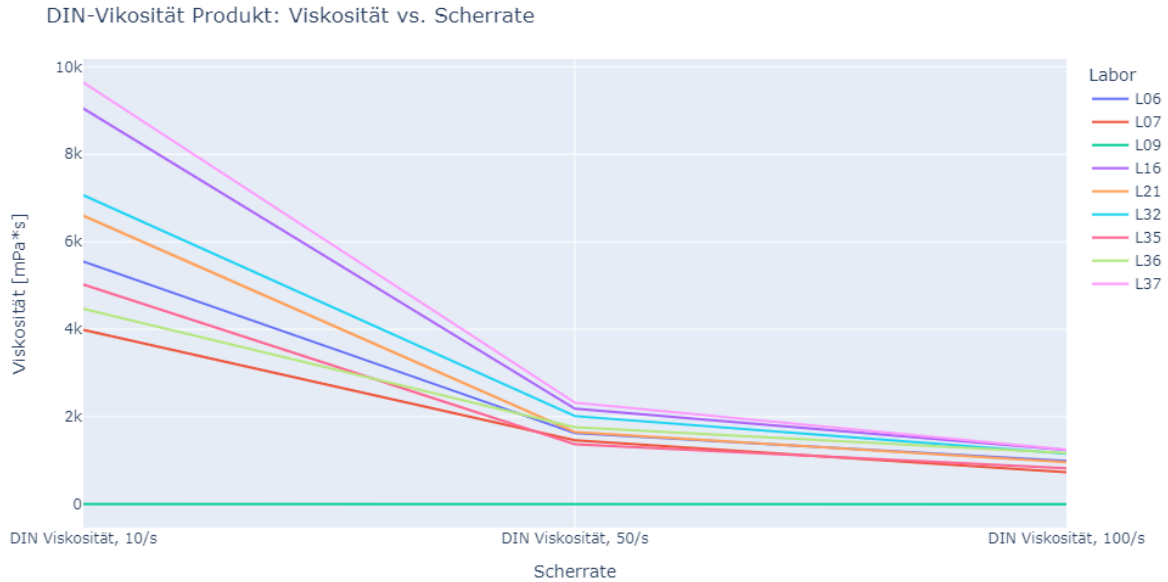


Abbildung 39: Produkt, DIN Viskosität, 100/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal DIN Viskosität beim Produkt

Für alle drei Messpunkte (10/s, 50/s und 100/s) haben 9 Laboratorien Ergebnisse abgegeben, Alle 9 Labore waren bei der Scherrate 10/s erfolgreich, bei den höheren Scherraten waren 8 Labore erfolgreich.



Labor 09 zeigt bei allen drei Messpunkten sehr niedrige Werte im Vergleich zu den Messergebnissen der anderen Labore. Das Ergebnis bei 10/s liegt dennoch innerhalb der berechneten Toleranzgrenzen. Dies erklärt sich dadurch, dass die relative Vergleichsstandardabweichung bei der niedrigen Scherrate bei ca. 60% liegt und bei den höheren Scherraten bei ca. 34% liegt.

Aus den Messergebnissen ist zu erkennen, dass beim Labor 09 keine Plausibilitätsprüfung der Messergebnisse erfolgte, sonst wäre aufgefallen, dass mit Probenviskositäten von 1,0 mPa*s bis 5,0 mPa*s (Wasser hat eine Viskosität von 1 mPa*s) deutlich zu kleine Werte angegeben wurden. Aus den von diesem Labor mitgeteilten Anmerkungen zur Messung – „Rheologie Job wurde neu angelegt“ - ist festzuhalten, dass hier eine Überprüfung des neu angelegten Job's erfolgen sollte. Vermutlich wurde das Ergebnis in Pa*s angegeben und nicht in mPa*s.

Man erkennt eine deutliche Korrelation der Labore zwischen den verschiedenen Scherraten. Daher sind die Abweichungen der Labore vom robusten Mittelwert systematisch. Quantitativ kann dieser Zusammenhang durch die Pearson-Korrelation bestimmt werden. Die nachfolgende Tabelle zeigt diese Korrelation (Labor 09 ist in der Berechnung nicht enthalten).

Pearson Korrelation zwischen den Laboren

	DIN Viskosität, 10/s [mPa*s]	DIN Viskosität, 50/s [mPa*s]	DIN Viskosität, 100/s [mPa*s]
DIN Viskosität, 10/s [mPa*s]	1,00	0,89	0,74
DIN Viskosität, 50/s [mPa*s]	0,89	1,00	0,91
DIN Viskosität, 100/s [mPa*s]	0,74	0,91	1,00

Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 10 rpm

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie Brookfield [mPa*s]; 20°C, Brookfield Messung (Spindel RV5 bei 10, 20 und 30 U/min, Ablesen nach 60s), die Messung muss im Probenbehälter erfolgen!; 10 U/min; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 16: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (8)		Sollwert(berechnet): 28417			
rel. VerglStdAbw: 15.41 %		Toleranzbereich: 18841 bis 37992 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 2.14 %					
					L07: 32040.0
		L10: 25900.0	L11: 7405.0		L14: 29360.0
					L21: 26770.0
L22: 32900.0	L23: 27340.0				L28: 24825.0
	L37: 28200.0				

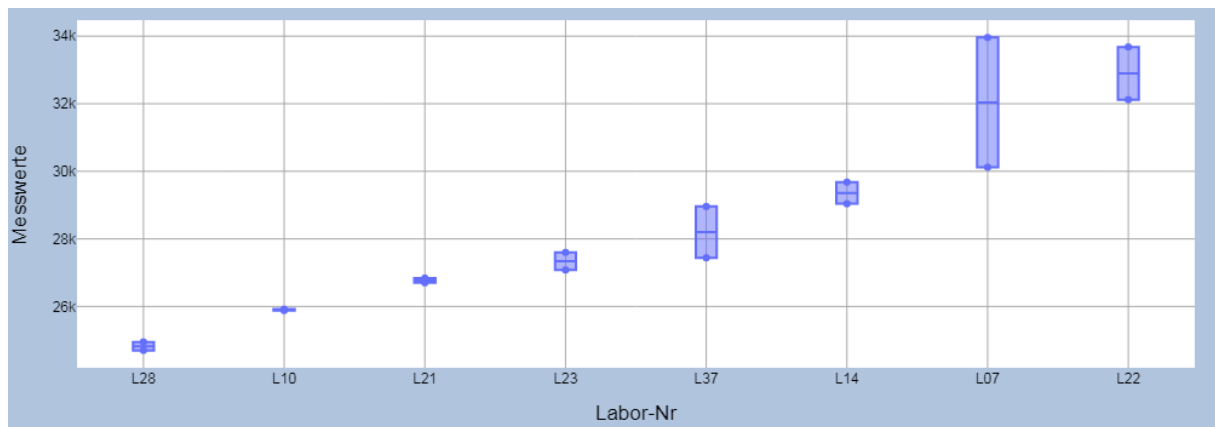


Abbildung 40: Produkt, Brookfield Viskosität, 10 rpm, graphische Darstellung der Messwerte

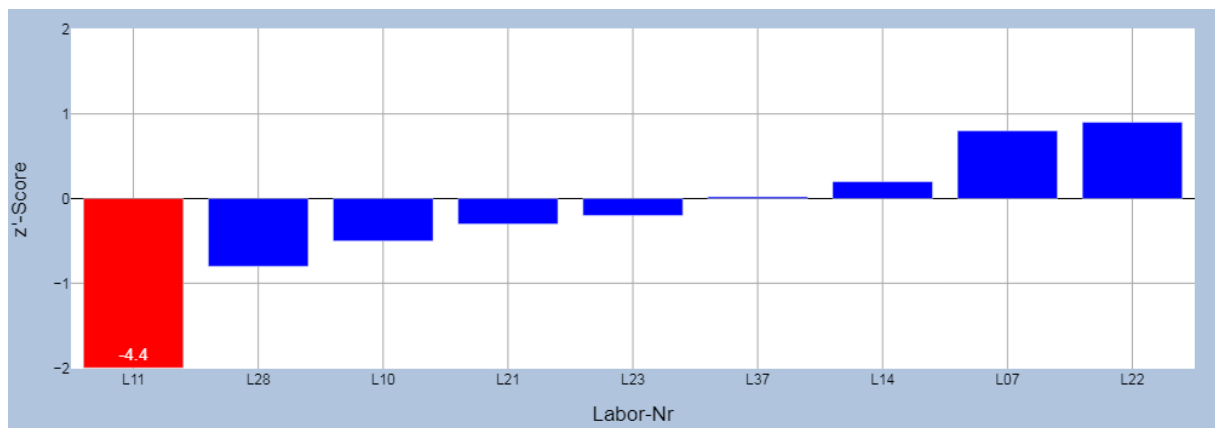


Abbildung 41: Produkt, Brookfield Viskosität, 10 rpm; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 20 rpm

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie Brookfield [mPa*s]; 20°C, Brookfield Messung (Spindel RV5 bei 10, 20 und 30 U/min, Ablesen nach 60s), die Messung muss im Probenbehälter erfolgen!; 20 U/min; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 17: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (8)		Sollwert(berechnet): 15949			
rel. VerglStdAbw: 11.24 %		Toleranzbereich: 12030 bis 19867 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 2.17 %					
					L07: 17310.0
		L10: 15640.0	L11: 4002.5		L14: 16160.0
					L21: 14920.0
L22: 18460.0	L23: 15000.0				L28: 14580.0
	L37: 15520.0				

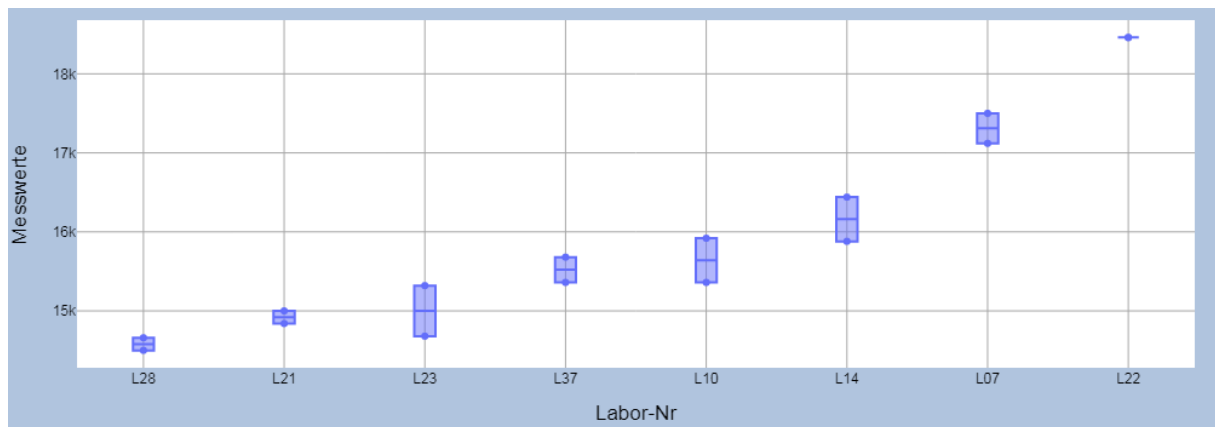


Abbildung 42: Produkt, Brookfield Viskosität, 20 rpm, graphische Darstellung der Messwerte

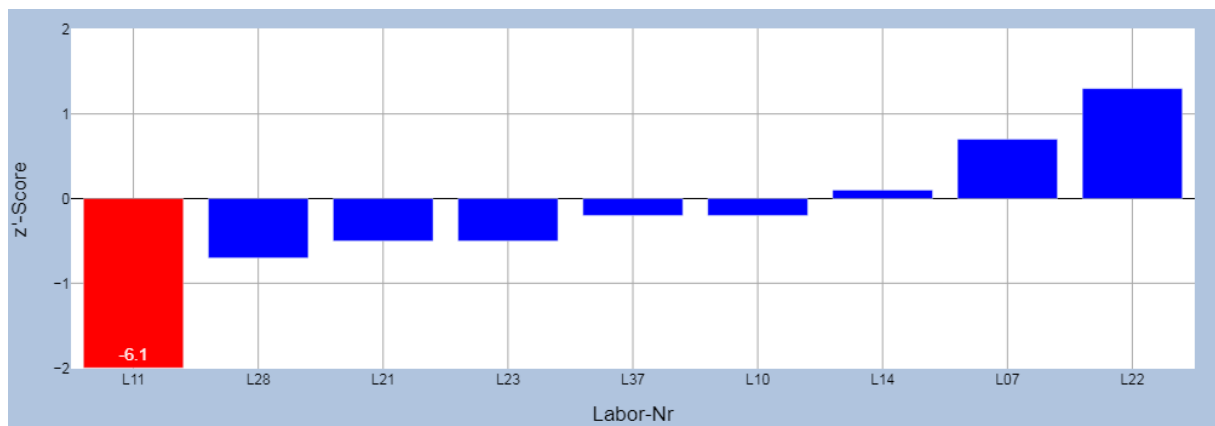


Abbildung 43: Produkt, Brookfield Viskosität, 20 rpm; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Produkt, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 30 rpm

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie Brookfield [mPa*s]; 20°C, Brookfield Messung (Spindel RV5 bei 10, 20 und 30 U/min, Ablesen nach 60s), die Messung muss im Probenbehälter erfolgen!; 30 U/min; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 18: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (8)	Sollwert(berechnet): 11146
rel. VerglStdAbw: 11.88 %	Toleranzbereich: 8252 bis 14041 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 2.21 %	
	L07: 12140.0
	L10: 11573.5 L11: 2820.0
	L14: 11290.0
	L21: 10470.0
L22: 12385.0	L23: 10305.0
	L28: 10280.0
	L37: 10727.0

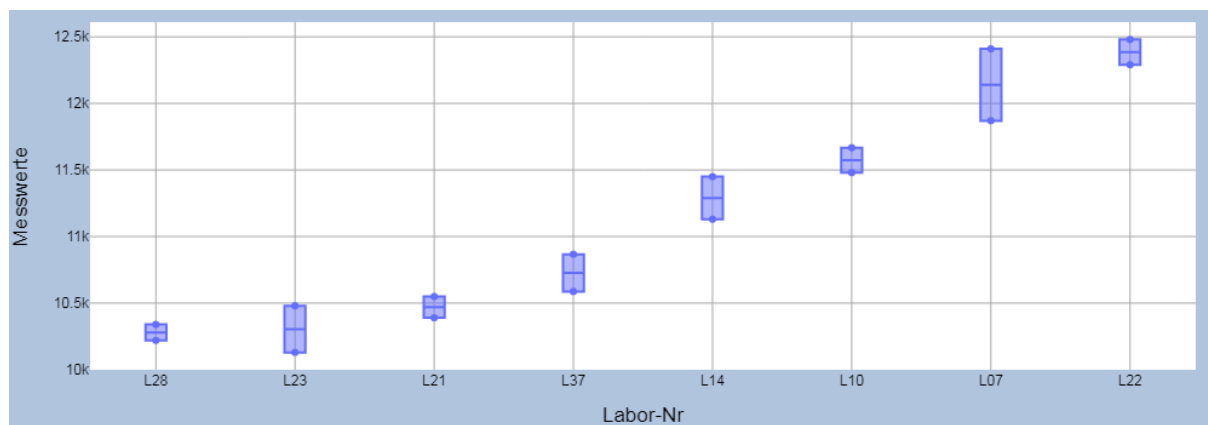


Abbildung 44: Produkt, Brookfield Viskosität, 30 rpm, graphische Darstellung der Messwerte

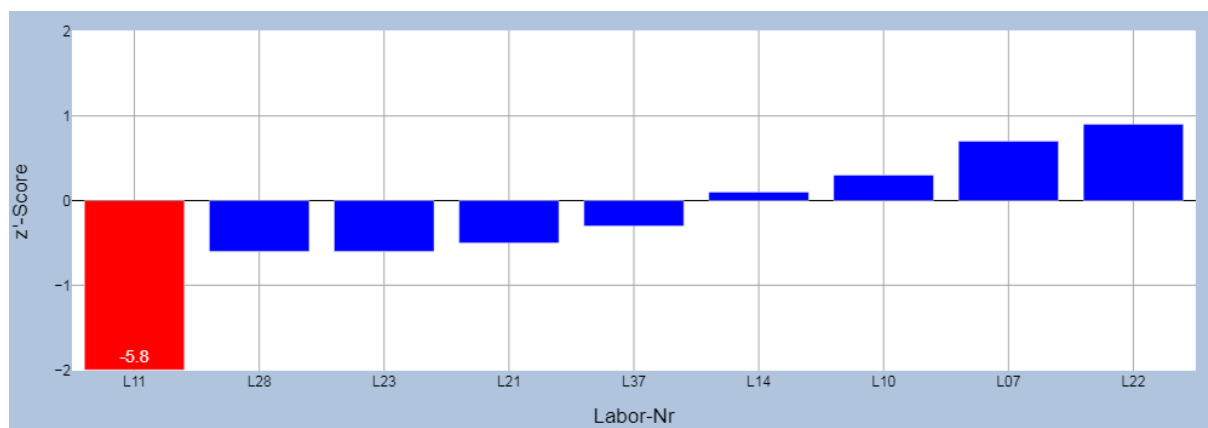


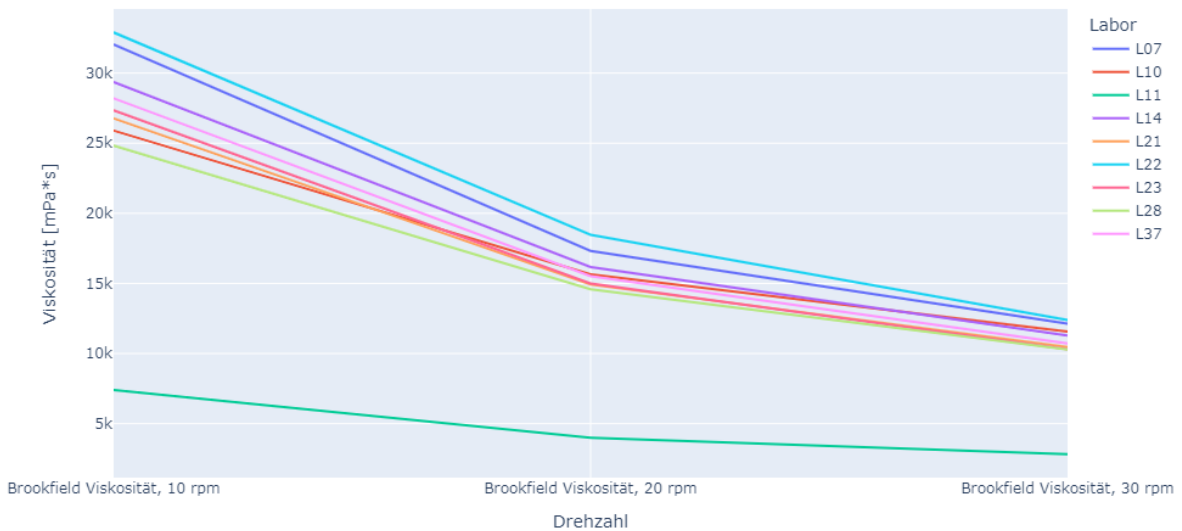
Abbildung 45: Produkt, Brookfield Viskosität, 30 rpm; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brookfield Viskosität beim Produkt

Für alle drei Messpunkte (10, 20 und 30 rpm) haben 9 Laboratorien Ergebnisse abgegeben, 8 Labore waren bei allen Scherraten 10/s erfolgreich, lediglich Labor 11 hat bei allen Scherraten zu niedrige Ergebnisse gemessen.

Labor 11 hat als Kommentar angegeben " Messung in Originalgebinde nicht möglich !". Da die Messung mit den vorgegebenen Messparametern von der Fachgruppe jedoch vorab geprüft wurde und die 8 anderen Labore die Messung ohne ähnliche Kommentare durchgeführt haben, geht die Expertengruppe der Ringversuchsauswertung davon aus, dass Labor 11 mit abweichenden Messparametern gemessen hat (z.B. eine andere als die vorgegebene Spindel verwendet hat). Damit ist zu erwarten, dass die Ergebnisse von Labor 11 nicht mit den Ergebnissen der anderen Labore vergleichbar sind. Daher wurde Labor 11 bei der Berechnung der statistischen Kenndaten für die Viskositätsmessungen nicht berücksichtigt. In die Auswertung der Laborergebnisse wurde Labor 11 jedoch mit einbezogen und die Ergebnisse als unzureichend ermittelt.

Brookfield-Viskosität Produkt: Viskosität vs. Drehzahl



Im Gegensatz zu den Messungen der DIN-Viskosität ist die relative Vergleichsstandardabweichung der Brookfield-Viskosität mit Werten zwischen 11 und 15% jedoch gering.

Auch hier erkennt man eine deutliche Korrelation der Labore zwischen den verschiedenen Drehzahlen. Daher sind die Abweichungen der Labore vom robusten Mittelwert systematisch. Quantitativ kann dieser Zusammenhang durch die Pearson-Korrelation bestimmt werden.

Die nachfolgende Tabelle zeigt diese Korrelation. (Labor 11 ist in der Berechnung nicht enthalten).

Pearson Korrelation zwischen den Laboren

	Brookfield Viskosität, 10 rpm	Brookfield Viskosität, 20 rpm	Brookfield Viskosität, 30 rpm
Brookfield Viskosität, 10 rpm	1,00	0,94	0,81
Brookfield Viskosität, 20 rpm	0,94	1,00	0,94
Brookfield Viskosität, 30 rpm	0,81	0,94	1,00

Die Korrelation zeigt im Vergleich zur DIN-Messung höhere Korrelationskoeffizienten.

Wenn die messtechnischen Vorgaben eingehalten werden, zeigt es sich, dass mit dieser relativen Messgeometrie – unabhängig vom verwendeten Messgerät (Torsionsfeder oder Motorstrom) - sehr gut reproduzierbare Ergebnisse über den gesamten Messbereich möglich sind.

Produkt, Ergebnisübersicht Dihydroxyaceton

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Dihydroxyaceton [g/100g]; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 19: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 8, (8)	Sollwert(berechnet): 1.96				
rel. VerglStdAbw: 7.63 %	Toleranzbereich: 1.63 bis 2.29 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 2.50 %					
	L02: 1.845				L07: 2.005
L08: 2.175			L11: 1.740		
				L20: 1.960	
			L25: 2.045		
		L31: 1.960		L34: 7.500	

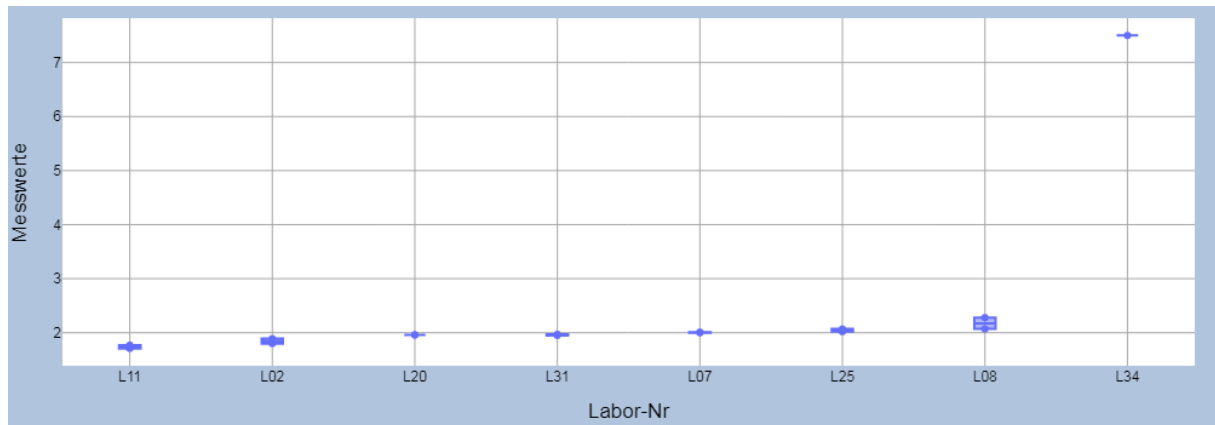


Abbildung 46: Produkt, Dihydroxyaceton, graphische Darstellung der Messwerte

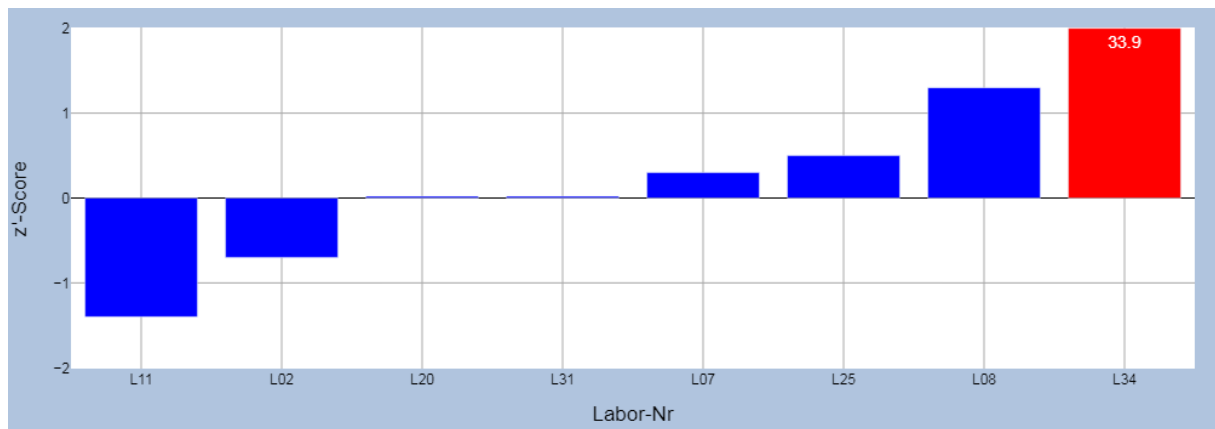


Abbildung 47: Produkt, Dihydroxyaceton; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Dihydroxyacetone

Produkt: 8 Laboratorien teilgenommen, 7 waren erfolgreich

Hier hat Labor 34 einen deutlich zu hohen Wert abgegeben, es wurde auch nur eine Einfachbestimmung durchgeführt. Zu möglichen Gründen kann keine Aussage getroffen werden.

Produkt, Ergebnisübersicht Glycerin

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Glycerin [g/100g]; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 20: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 12, (12)	Sollwert(berechnet): 6.09
rel. VerglStdAbw: 10.27 %	Toleranzbereich: 4.76 bis 7.42 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 1.26 %	

				L05: 5.765		L07: 6.490
L08: 4.495			L11: 6.700	L12: 6.385		
	L16: 6.000				L20: 5.995	
L22: 6.015			L25: 6.220			
		L31: 6.090	L32: 5.490			
	L37: 8.220					

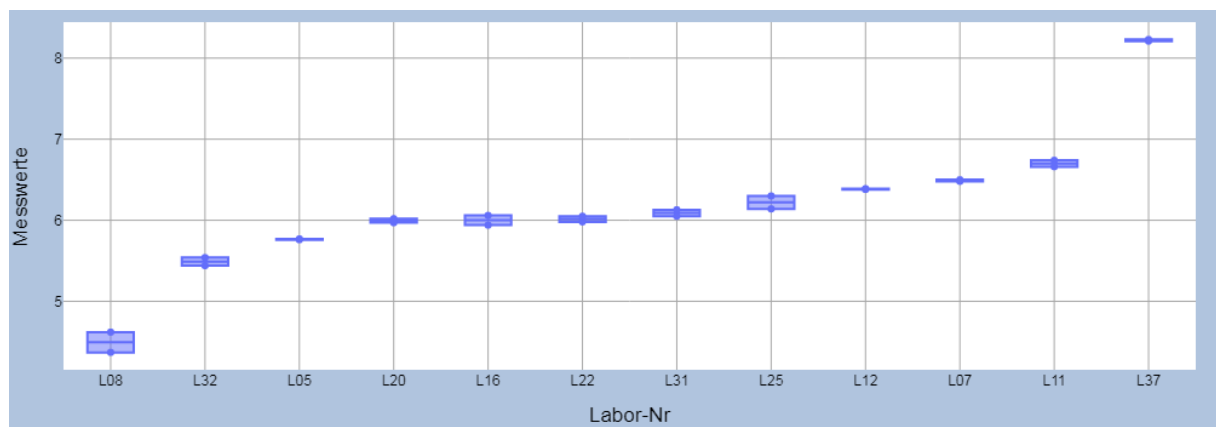


Abbildung 48: Produkt, Glycerin, graphische Darstellung der Messwerte

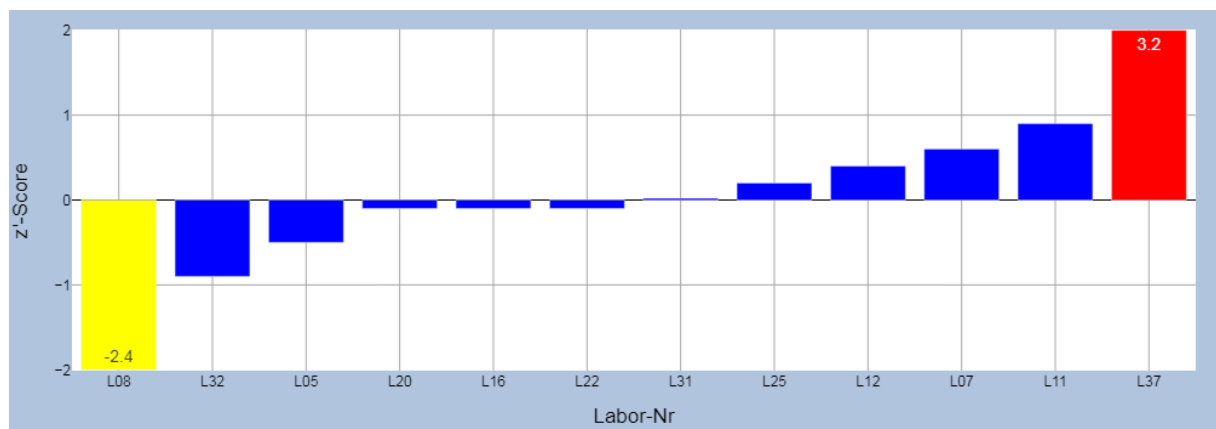


Abbildung 49: Produkt, Glycerin; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Glycerin

Produkt: 12 Laboratorien teilgenommen, 10 waren erfolgreich

Beim Merkmal Glycerin ist die Vergleichsstandardabweichung verglichen mit früheren Ringversuchen ungewöhnlich hoch. Labor 37 findet einen deutlich erhöhten Wert, möglicherweise reagiert bei der hier eingesetzten Periodat-Methode das in der Probe enthaltene Propylenglycol ebenfalls mit Periodat und täuscht einen höheren Glyceringehalt vor. Dies sollte vom Labor überprüft werden

Produkt, Ergebnisübersicht Propylenglycol

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Propylenglycol [g/100g]; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 21: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 10, (10)		Sollwert(berechnet): 3.06			
rel. VerglStdAbw: 6.86 %		Toleranzbereich: 2.61 bis 3.51 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 1.07 %					
				L05: 3.135	L07: 3.260
L08: 3.455			L11: 3.090		
	L16: 2.940				L20: 3.040
L22: 3.020			L25: 3.065		
			L32: 2.795		L34: 2.900

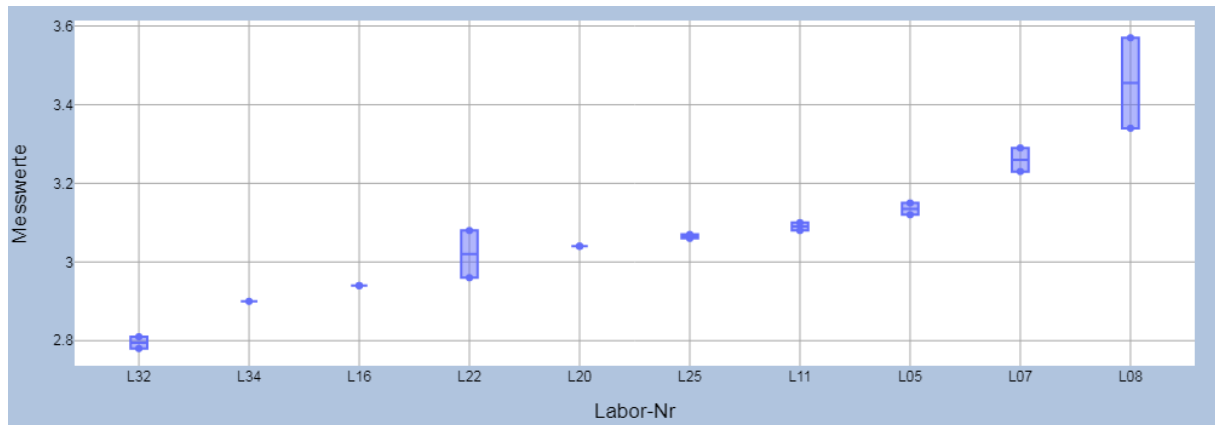


Abbildung 50: Produkt, Propylenglycol, graphische Darstellung der Messwerte

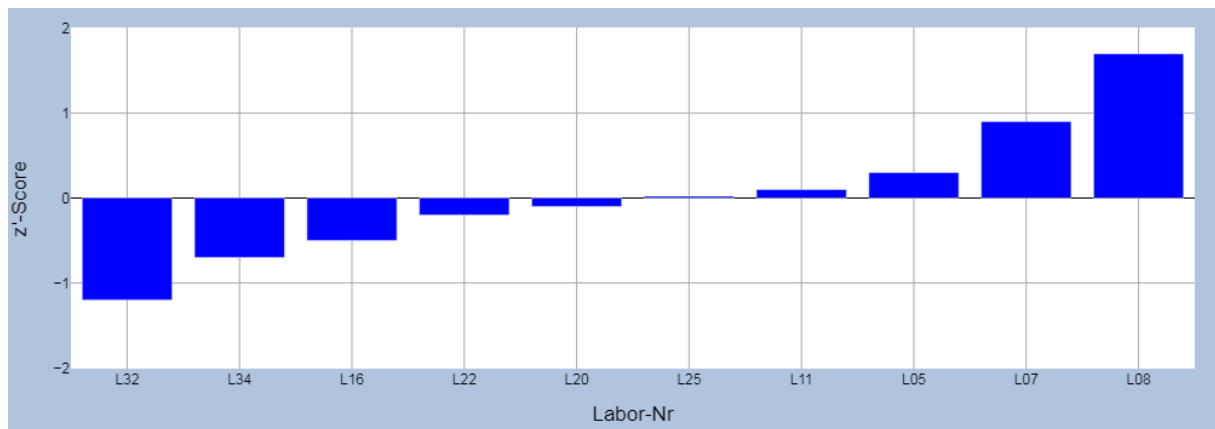


Abbildung 51: Produkt, Propylenglycol; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Propylenglycol

Den Parameter Propylenglycol bestimmten 10 Laboratorien, alle 10 waren erfolgreich

Die relative Vergleichsstandardabweichung um 7% liegt in dem für diesen Parameter üblichen Bereich.

Produkt, Ergebnisübersicht Panthenol

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Panthenol [g/100g]; Ergebnisangabe mit 3 Nachkommastellen

Tabelle 22: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 13, (13)	Sollwert(berechnet): 0.601				
rel. VerglStdAbw: 7.96 %	Toleranzbereich: 0.500 bis 0.703 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.64 %					
	L02: 0.5835			L05: 0.5935	L07: 0.5315
L08: 0.5915			L11: 0.6310	L12: 0.6145	
	L16: 0.8285				L20: 0.5995
L22: 0.6835			L25: 0.6400		
		L31: 0.5565	L32: 0.6050	L33: 0.5950	

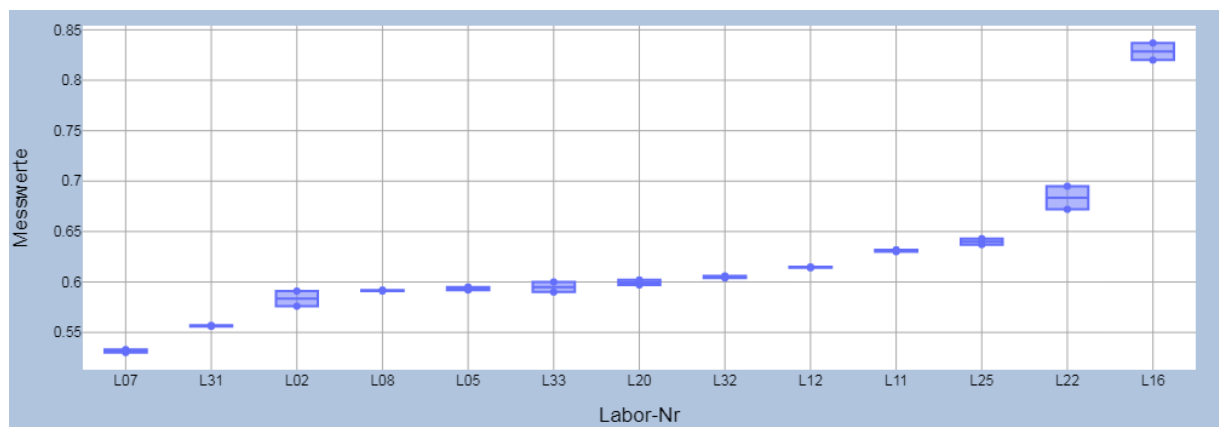


Abbildung 52: Produkt, Panthenol, graphische Darstellung der Messwerte

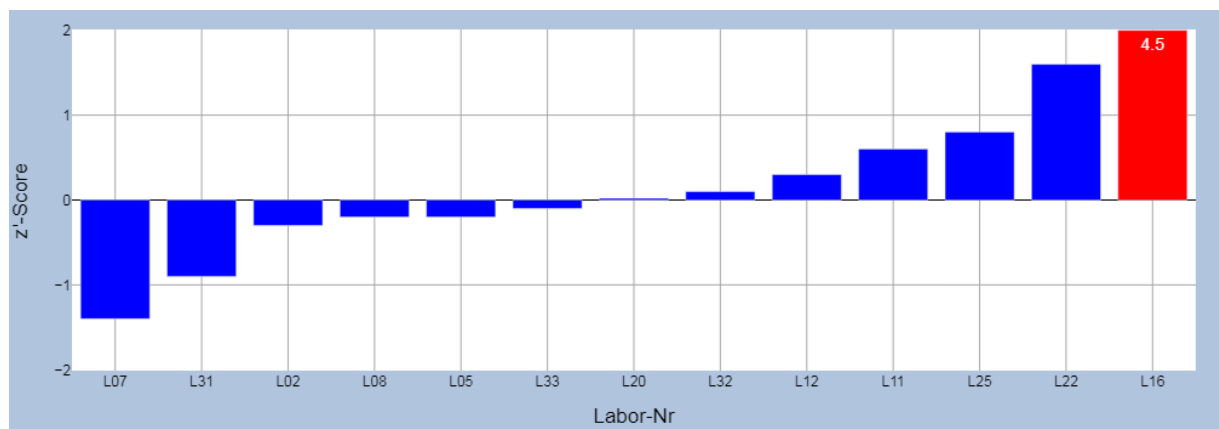


Abbildung 53: Produkt, Panthenol; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Panthenol

Produkt: 13 Laboratorien teilgenommen, 12 waren erfolgreich

Die relative Vergleichsstandardabweichung von ca. 8% liegt auch hier in dem für diesen Parameter in früheren Ringversuchen gefundenen Bereich. Hier gibt Labor 16 zu hohe Werte ab, ein möglicher Grund kann nicht genannt werden.

Produkt, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Phenoxyethanol [g/100g]; Ergebnisangabe mit 3 Nachkommastellen

Tabelle 23: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 17, (17)		Sollwert(berechnet): 0.914				
rel. VerglStdAbw: 4.01 %		Toleranzbereich: 0.838 bis 0.991 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.43 %						
	<i>L02: 1.0105</i>					L07: 0.9305
L08: 0.8770	L09: 0.9200		L11: 0.9090	L12: 0.8720		
L15: 0.9094	L16: 0.9420				L20: 0.8810	
L22: 0.9490			L25: 0.9310			
	L30: 0.9400	L31: 0.8485	L32: 0.9275	L33: 0.8900	<i>L34: 1.2000</i>	L35: 0.9205

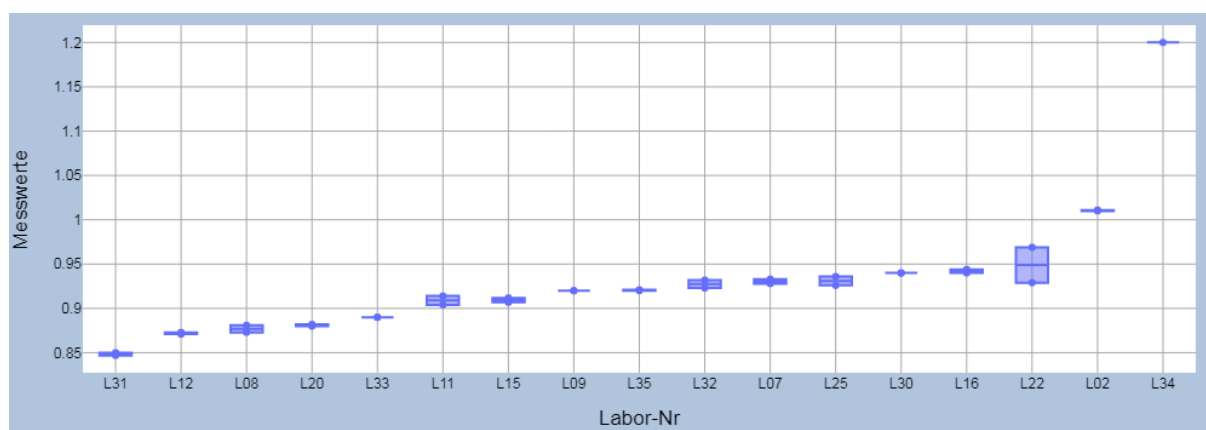


Abbildung 54: Produkt, Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Messwerte



Abbildung 55: Produkt, Phenoxyethanol; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Phenoxyethanol

Dieser Parameter wurde nur für das Produkt angeboten, es haben 17 Laboratorien teilgenommen, 15 waren erfolgreich.

Die relative Vergleichsstandardabweichung ist hier mit 4% als sehr gut zu bewerten. Auffällig ist das sehr hohe Ergebnis von Labor 34, dessen gefundene Konzentration von 1.2 g/100g über der laut Kosmetikverordnung zulässigen Höchstmenge von 1% liegt. Insbesondere solche Ergebnisse sollten auf Plausibilität geprüft werden.

Produkt, Ergebnisübersicht Ethylhexylglycerin

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Ethylhexylglycerin [g/100g]; Ergebnisangabe mit 3 Nachkommastellen

Tabelle 24: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 6, (6)		Sollwert(berechnet): 0.103			
rel. VerglStdAbw: 16.74 %		Toleranzbereich: 0.064 bis 0.142 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 1.66 %					
				L05: 0.1070	L07: 0.0495
L08: 0.0950			L11: 0.1005		
					L20: 0.1300
			L32: 0.1075		

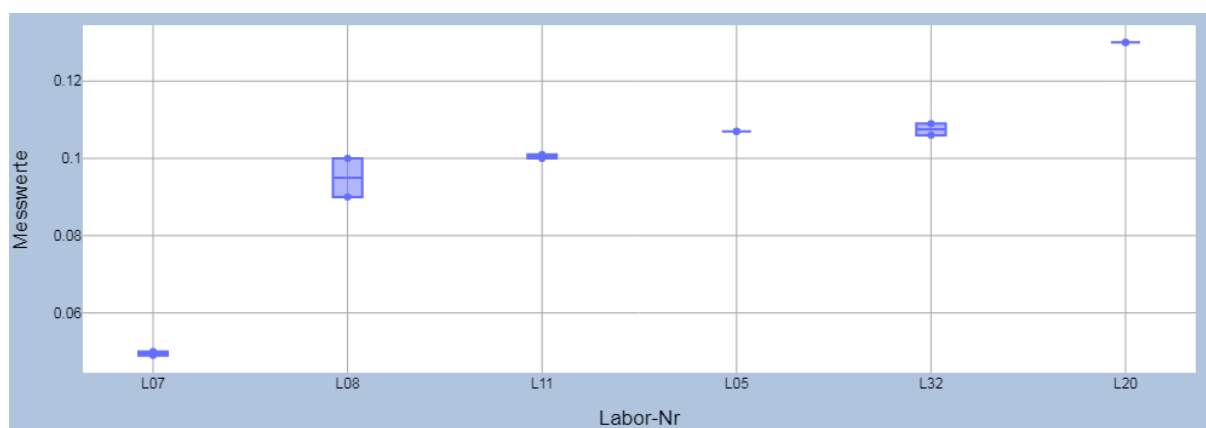


Abbildung 56: Produkt, Ethylhexylglycerin, graphische Darstellung der Messwerte

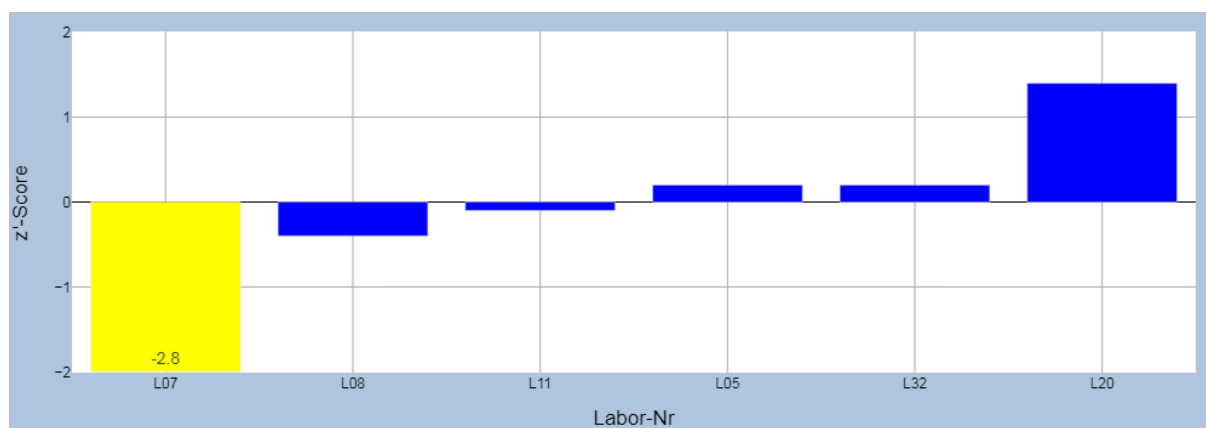


Abbildung 57: Produkt, Ethylhexylglycerin; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Ethylhexylglycerin

Dieser Parameter wurde nur für das Produkt angeboten, es haben 6 Laboratorien teilgenommen, 5 waren erfolgreich.

Hier gibt Labor 07 einen zu niedrigen Wert an, Grund könnte ein Problem mit der chromatographischen Trennung von Glycerin und Ethylhexylglycerin sowie der Art der Integration der überlappenden Peaks sein.

Produkt, Ergebnisübersicht Benzoessäure

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Benzoessäure [g/100g]; berechnet als Natriumbenzoat; Ergebnisangabe mit 3 Nachkommastellen

Tabelle 25: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 16, (15)	Sollwert(berechnet): 0.450				
rel. VerglStdAbw: 5.23 %	Toleranzbereich: 0.401 bis 0.500 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.87 %					
	L02: 0.4420				L07: 0.4575
L08: 0.4470			L11: 0.4460	L12: 0.4650	
L15: 0.4630	L16: 0.4720				L20: 0.4455
L22: 0.4125			L25: 0.4655		
	L30: 0.4650	L31: 0.3875	L32: 0.4490	L33: 0.4300	L34: 0.3550 E
					L35: 0.4750

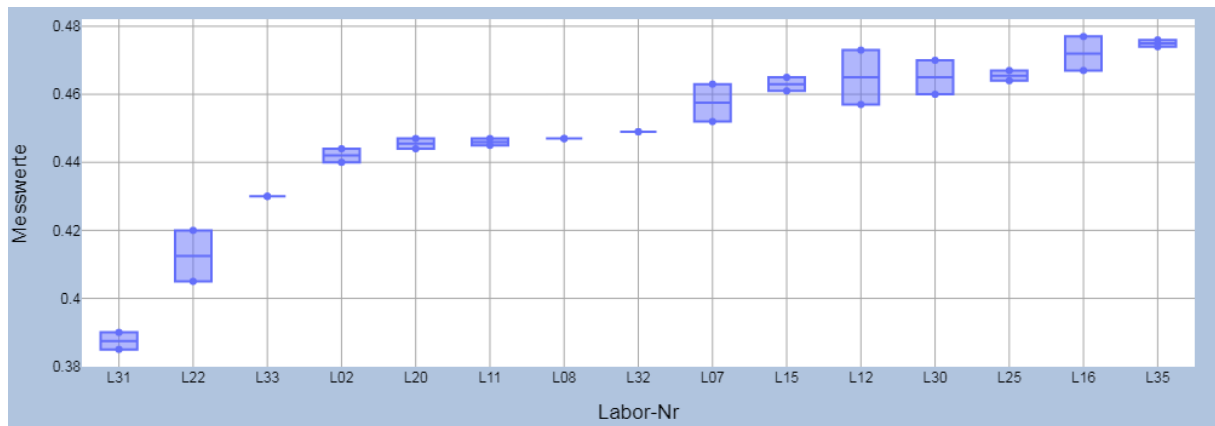


Abbildung 58: Produkt, Benzoessäure, graphische Darstellung der Messwerte

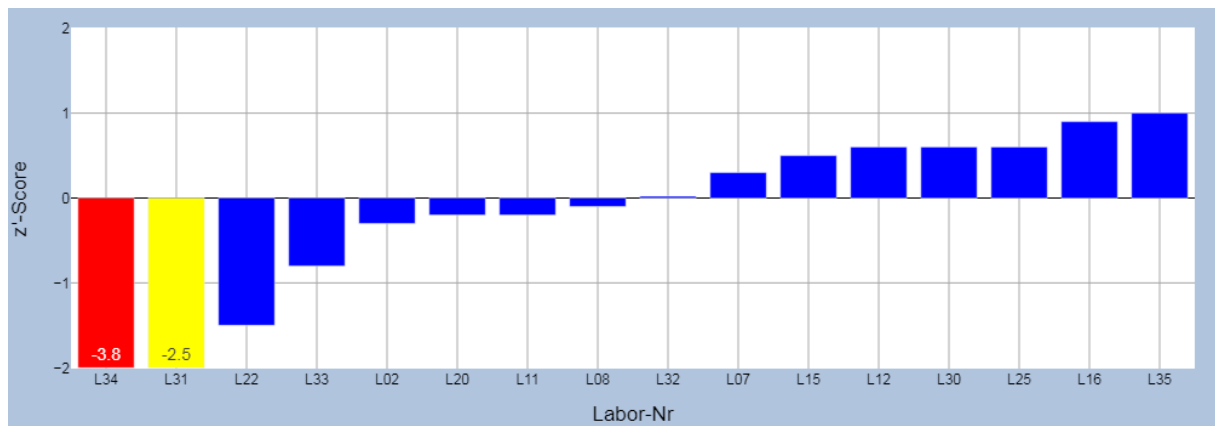


Abbildung 59: Produkt, Benzoessäure; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Benzoesäure

Das Merkmal Benzoesäure wurde nur für das Produkt angeboten, es haben 16 Laboratorien teilgenommen, 14 waren erfolgreich.

Bei diesem Parameter sollte das Ergebnis als [g/100g] Natriumbenzoat angegeben werden. Labor 34 hat das Ergebnis aber als [g/100g] Benzoesäure angegeben. Daher wird dieser Parameter für das Labor als unzureichend bewertet und nicht für die Berechnung der statistischen Kennwerte verwendet. Mit einem z'-Score von -3,8 wäre dieser Parameter aber ohnehin als unzureichend bewertet worden.

Die relative Vergleichsstandardabweichung ist mit ca. 5% als gut zu bewerten.

Produkt, Ergebnisübersicht Benzylsalicylat

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Benzylsalicylat [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 26: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)	Sollwert(berechnet): 401				
rel. VerglStdAbw: 39.55 %	Toleranzbereich: 57 bis 745 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 2.04 %					
	L02: 575.0				
L08: 417.0			L11: 441.5		
L15: 573.5	L16: 370.0				
L22: 190.0			L25: 430.5		
		L31: 110.5		L34: 450.0	

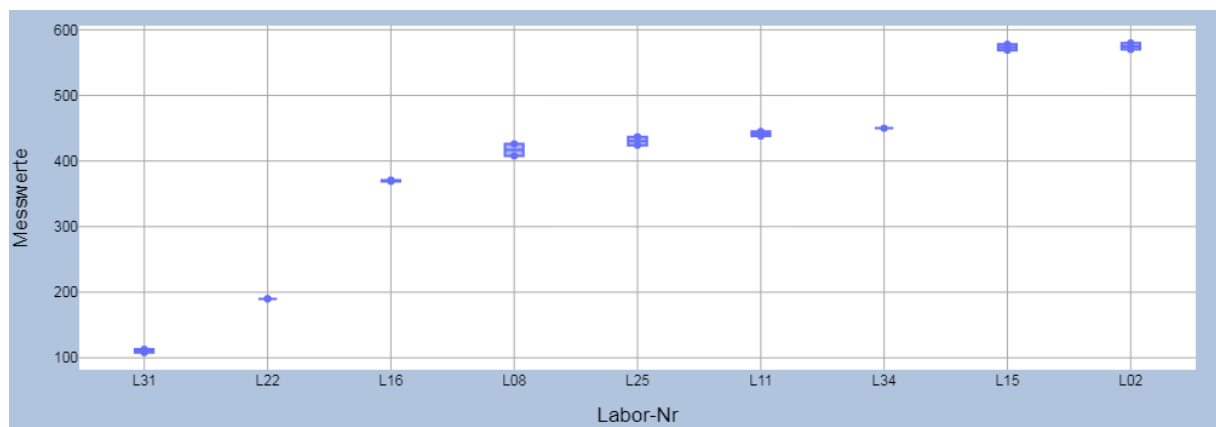


Abbildung 60: Produkt, Benzylsalicylat, graphische Darstellung der Messwerte

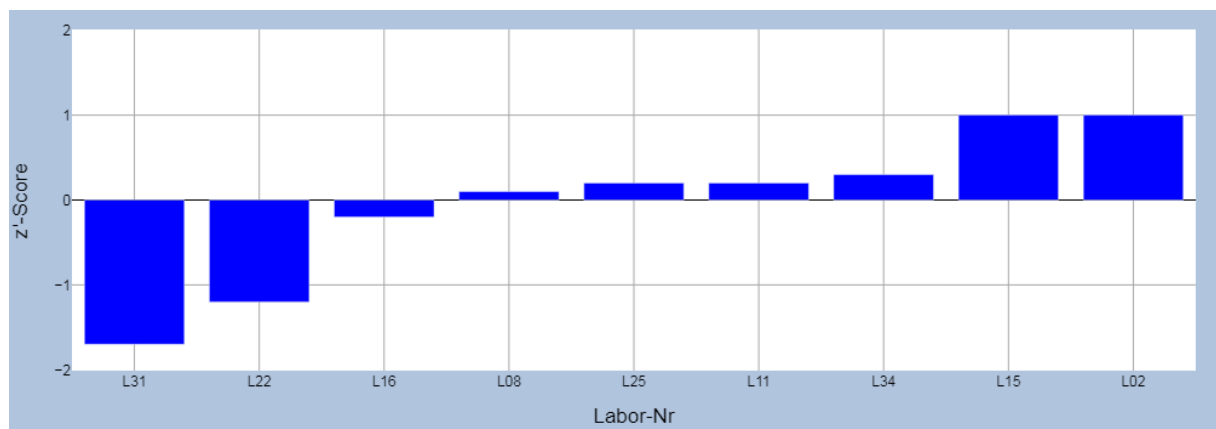


Abbildung 61: Produkt, Benzylsalicylat; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Benzylsalicylat

Produkt: 9 Laboratorien teilgenommen, 9 waren erfolgreich

Der allergene Duftstoff Benzylsalicylat wurde mit einer sehr hohen relativen Vergleichsstandardabweichung von 40% bestimmt. Eventuell trägt die aufwändige Probenvorbereitung und/oder der geringe Gehalt in der Probe dazu bei. Die relativ gleichmäßige Verteilung der Labore im Toleranzbereich führt dazu, dass alle Labore diesen Parameter bestanden haben.

Produkt, Ergebnisübersicht Milchsäure

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Milchsäure [mg/kg]; berechnet als Natriumlactat; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 27: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 7, (7)	Sollwert(berechnet): 5541		
rel. VerglStdAbw: 38.45 %	Toleranzbereich: 829 bis 10254 (z'-Score <= 2.0)		
rel. WiederholStdAbw: 3.43 %			
	L11: 6701.5		
L16: 7823.5			
L22: 4225.0	L25: 3355.0		
	L31: 3667.5	L33: 9207.0	L34: 4280.0

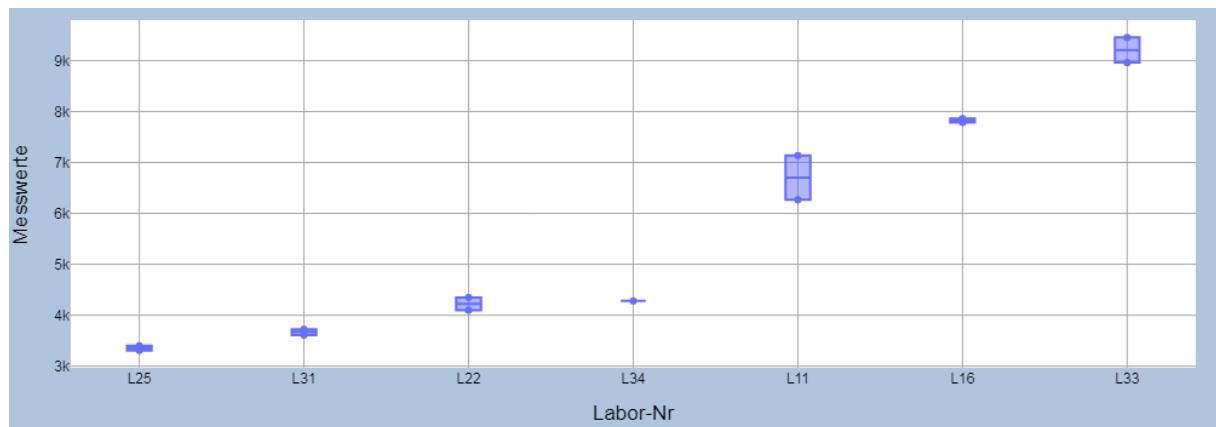


Abbildung 62: Produkt, Milchsäure, graphische Darstellung der Messwerte

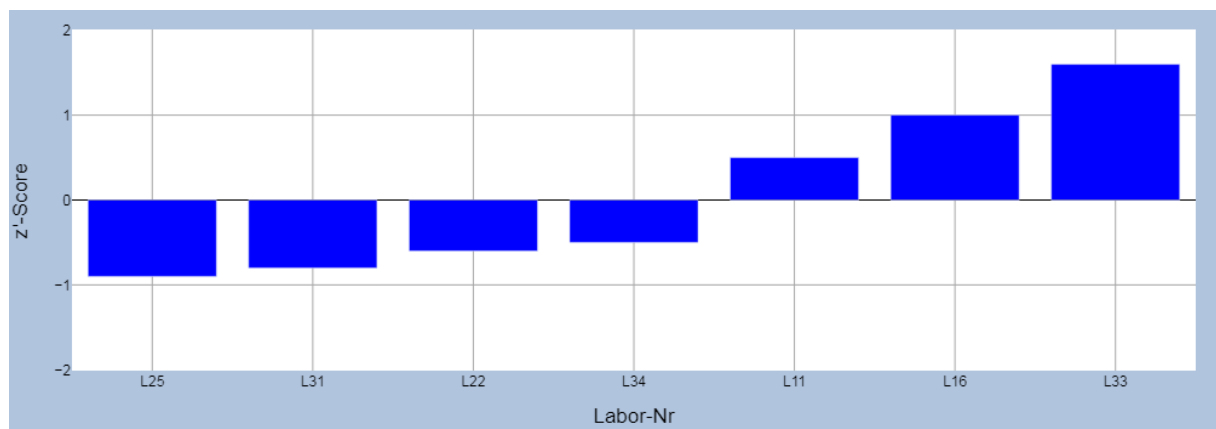


Abbildung 63: Produkt, Milchsäure; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Milchsäure

Produkt: 7 Laboratorien teilgenommen, 7 waren erfolgreich

Auch hier ergibt sich eine sehr hohe relative Vergleichsstandardabweichung von fast 40%, die vorliegenden Daten lassen keine weitere Interpretation zu.

Produkt, Ergebnisübersicht Limonen

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Limonen [mg/kg]; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 28: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)	Sollwert(berechnet): 13				
rel. VerglStdAbw: 39.01 %	Toleranzbereich: 2 bis 24 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 3.29 %					
	L02: 16.4				
L08: 14.4			L11: 10.2		
L15: 18.4	L16: 17.4				
L22: 5.5			L25: 14.4		
		L31: 14.1		L34: 3.2	

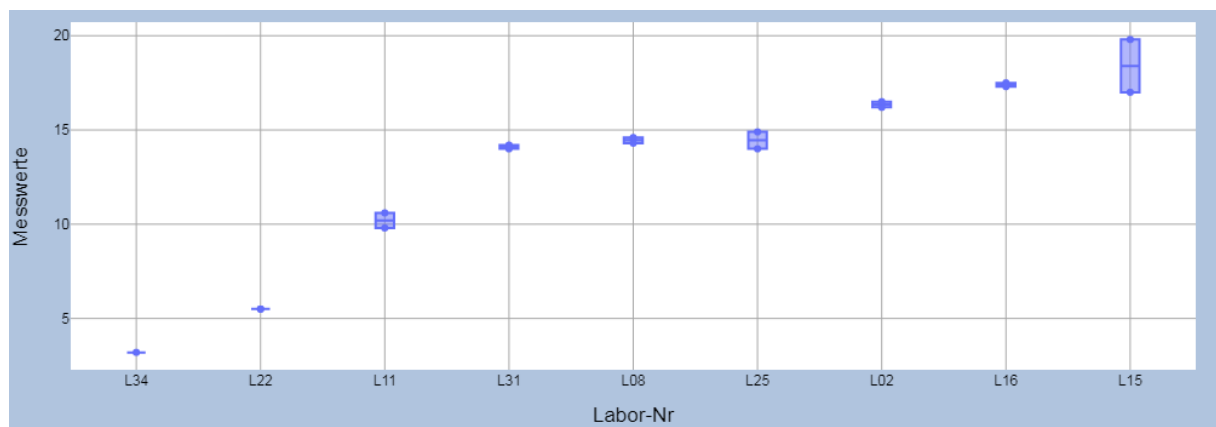


Abbildung 64: Produkt, Limonen, graphische Darstellung der Messwerte

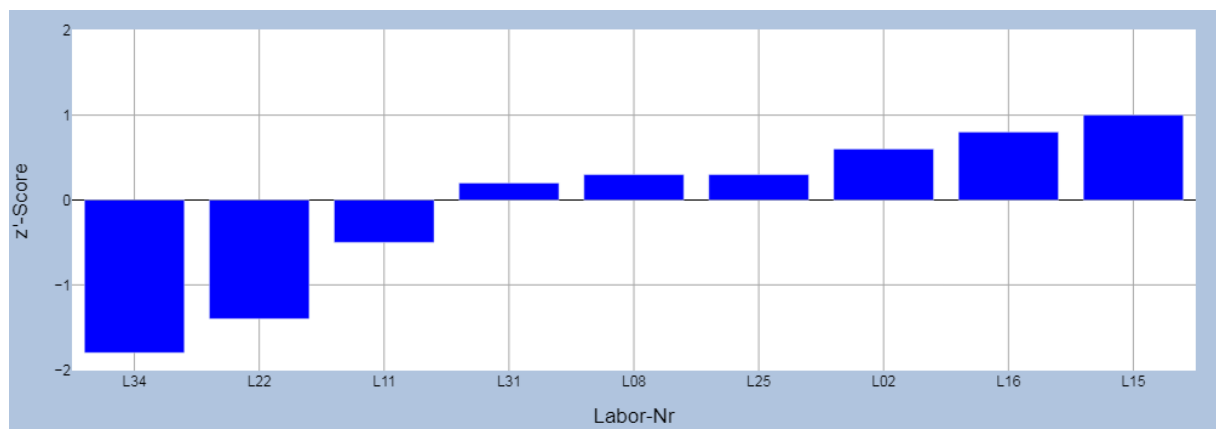


Abbildung 65: Produkt, Limonen; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Limonen

Rohstoff: 9 Laboratorien teilgenommen, 9 waren erfolgreich

Auch das Merkmal Limonen wird einer sehr hohen relativen Vergleichsstandardabweichung von fast 40% bestimmt. Eventuell trägt die aufwändige Probenvorbereitung und/oder der geringe Gehalt in der Probe dazu bei. Die vorliegenden Daten lassen keine weitere Interpretation zu.

Rohstoff, Ergebnisübersicht Brechungsindex

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Brechungsindex; 20°C; nD; Ergebnisangabe mit 4 Nachkommastellen

Tabelle 29: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 31, (31)		Sollwert(berechnet): 1.3694				
rel. VerglStdAbw: 0.02 %		Toleranzbereich: 1.3690 bis 1.3698 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.01 %						
L01: 1.36800		L03: 1.36945	L04: 1.37525	L05: 1.38280	L06: 1.36945	L07: 1.36935
	L09: 1.36940	L10: 1.36945	L11: 1.36965	L12: 1.37100	L13: 1.36940	L14: 1.36960
	L16: 1.36950	L17: 1.36930	L18: 1.36715	L19: 1.36995	L20: 1.36930	L21: 1.36945
L22: 1.36930	L23: 1.36975	L24: 1.36910		L26: 1.36910	L27: 1.36930	L28: 1.36940
L29: 1.36940	L30: 1.36935		L32: 1.36920		L34: 1.36945	L35: 1.36940
L36: 1.36935	L37: 1.36940					

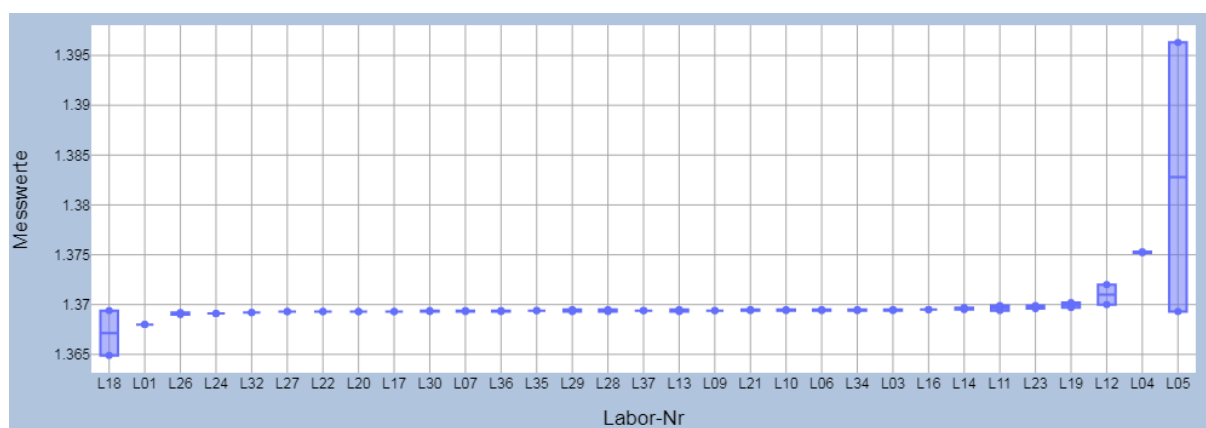


Abbildung 66: Rohstoff, Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

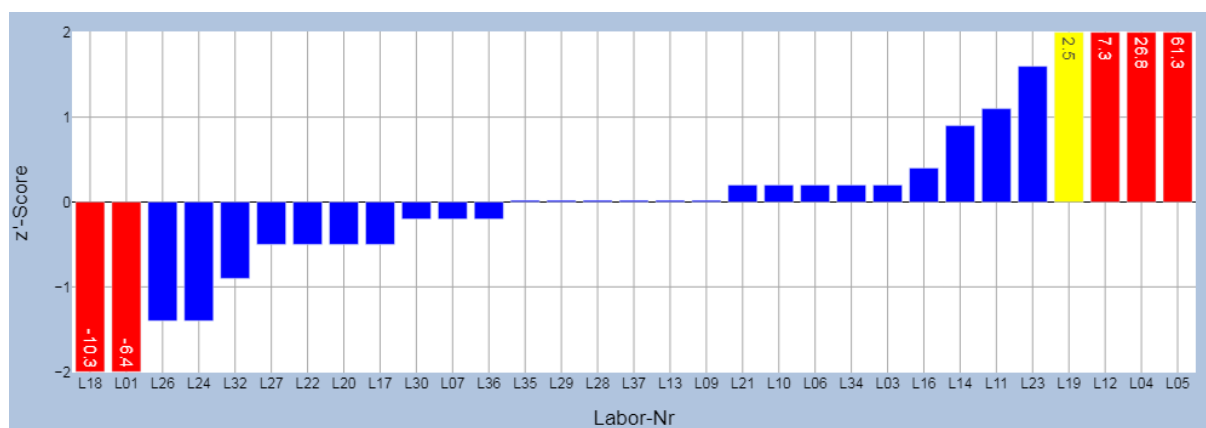


Abbildung 67: Rohstoff, Brechungsindex; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brechungsindex

Rohstoff: 31 Laboratorien teilgenommen, 25 waren erfolgreich

Bei der Bestimmung des Brechungsindex des Rohstoffs fällt zunächst die außergewöhnlich niedrige relative Vergleichsstandardabweichung von 0.02% auf. Dieser Parameter ist also offenbar an dieser Probe präzise messbar. Einzelne Labore (05, 12 und 18) zeigen auffällige Abweichungen zwischen den zwei geforderten Einzelmessungen, ob hier z.B. „Zahlen-dreher“ bei der Ergebnisübertragung vorliegen lässt sich nicht beurteilen. Labor 04 misst bei beiden Proben zu hohe Werte und Labor 01 zu niedrige Werte.

Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 10/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s, 100/s,
 Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 10/s; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 30: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 8, (8)	Sollwert(berechnet): 106
rel. VerglStdAbw: 70.15 %	Toleranzbereich: -57 bis 269 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 4.54 %	

					L06: 102.5	
	L09: 1.0					
	L16: 0.0					L21: 118.5
					L34: 247.0	L35: 116.0
L36: 183.0	L37: 109.3					

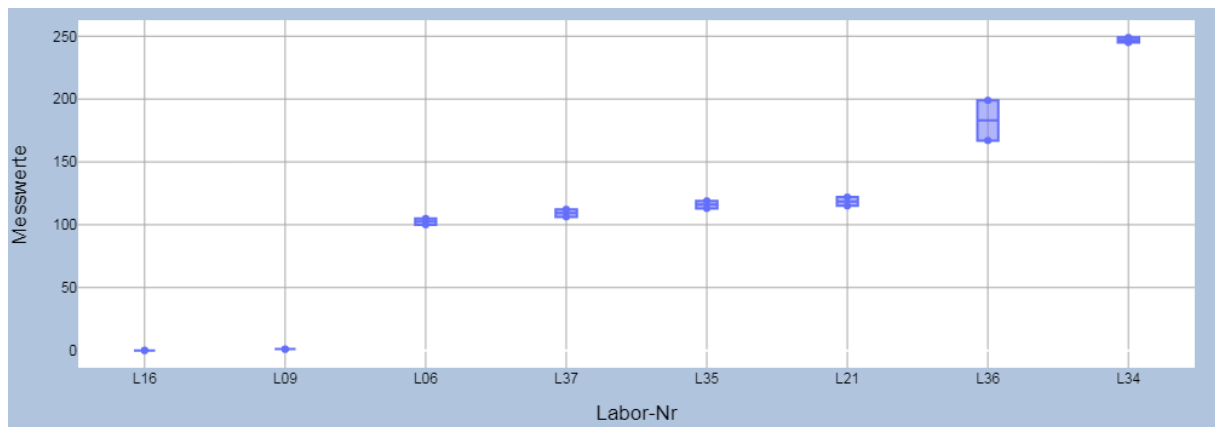


Abbildung 68: Rohstoff, DIN Viskosität, 10/s, graphische Darstellung der Messwerte

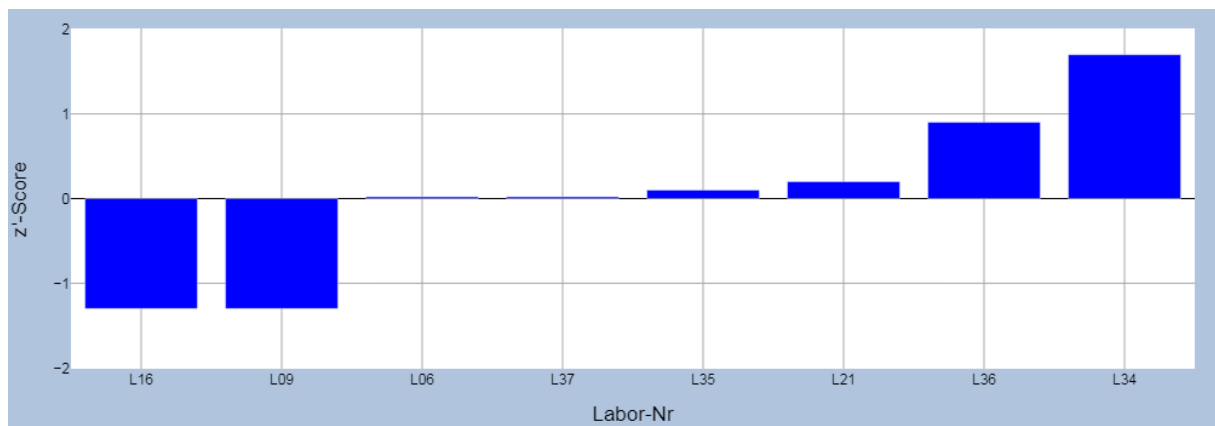


Abbildung 69: Rohstoff, DIN Viskosität, 10/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 50/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s, 100/s,
 Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 50/s; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 31: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 10, (10)	Sollwert(berechnet): 113
rel. VerglStdAbw: 12.12 %	Toleranzbereich: 84 bis 143 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 2.23 %	

				L06: 104.0	L07: 115.0
	L09: 1.5				
	L16: 101.5				L21: 113.5
			L32: 110.0	L34: 159.5	L35: 113.0
L36: 162.0	L37: 107.3				

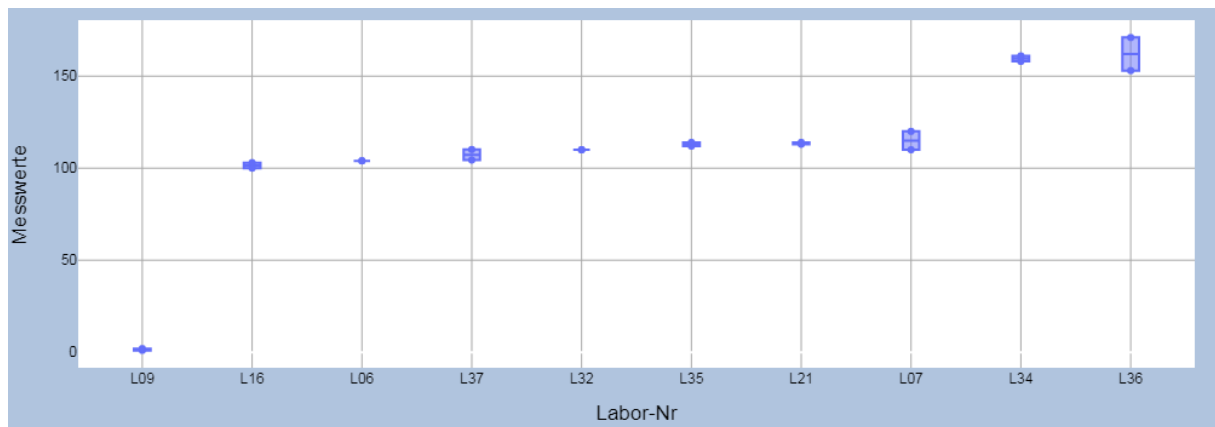


Abbildung 70: Rohstoff, DIN Viskosität, 50/s, graphische Darstellung der Messwerte

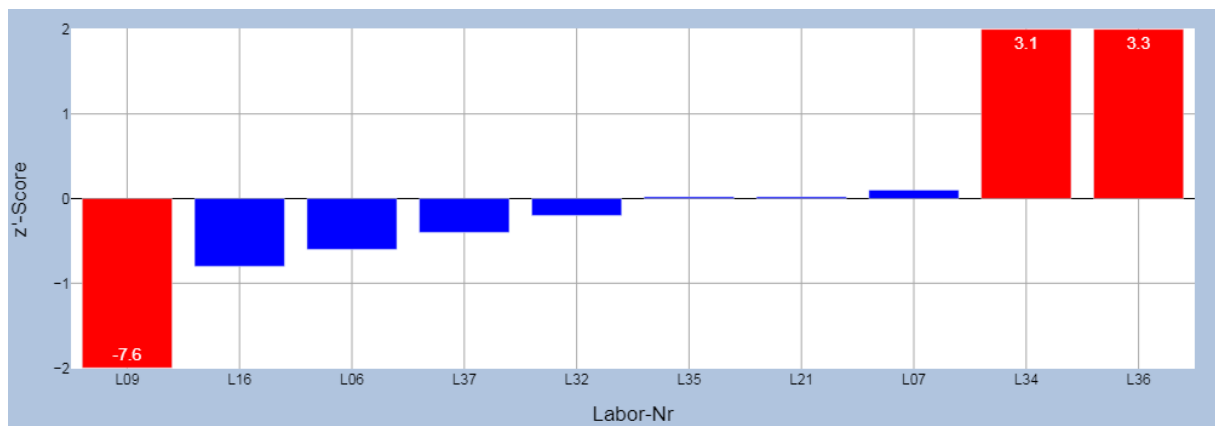


Abbildung 71: Rohstoff, DIN Viskosität, 50/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht DIN Viskosität, 100/s

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie DIN [mPa*s]; 20°C, DIN53019 (Auswertung bei Scherraten von 10/s, 50/s, 100/s, Ablesen im dynamischen Fließgleichgewicht nach 2 min); 100/s; Ergebnisangabe ohne Nachkommastellen

Tabelle 32: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 10, (10)	Sollwert(berechnet): 117
rel. VerglStdAbw: 14.03 %	Toleranzbereich: 81 bis 152 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 1.87 %	

				L06: 103.5	L07: 124.0
	L09: 1.0				
	L16: 105.5				L21: 115.0
			L32: 107.5	L34: 135.0	L35: 111.5
L36: 159.0	L37: 107.1				

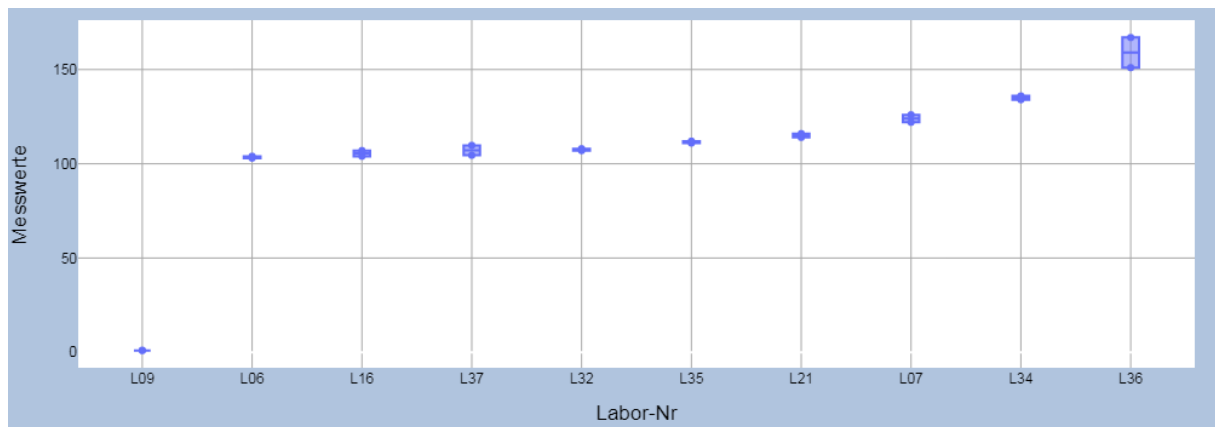


Abbildung 72: Rohstoff, DIN Viskosität, 100/s, graphische Darstellung der Messwerte

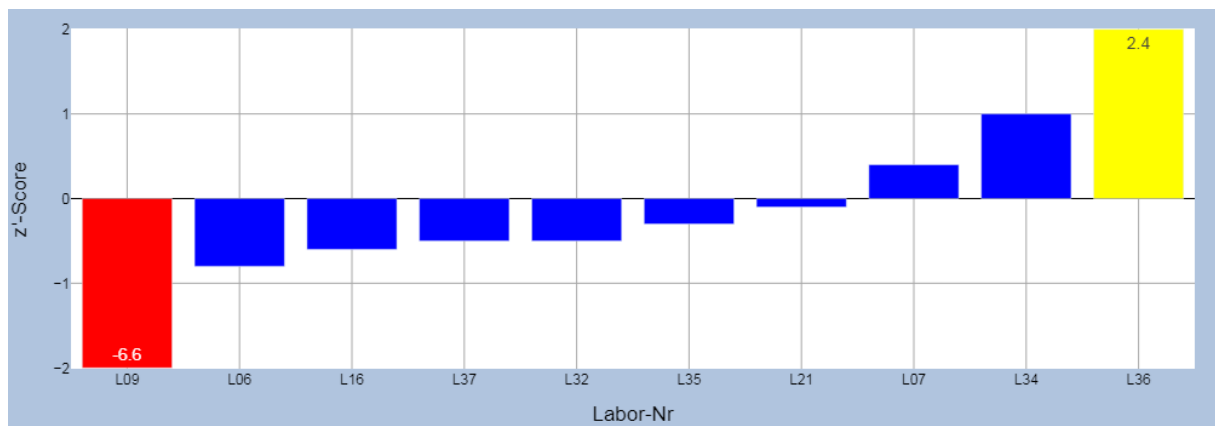
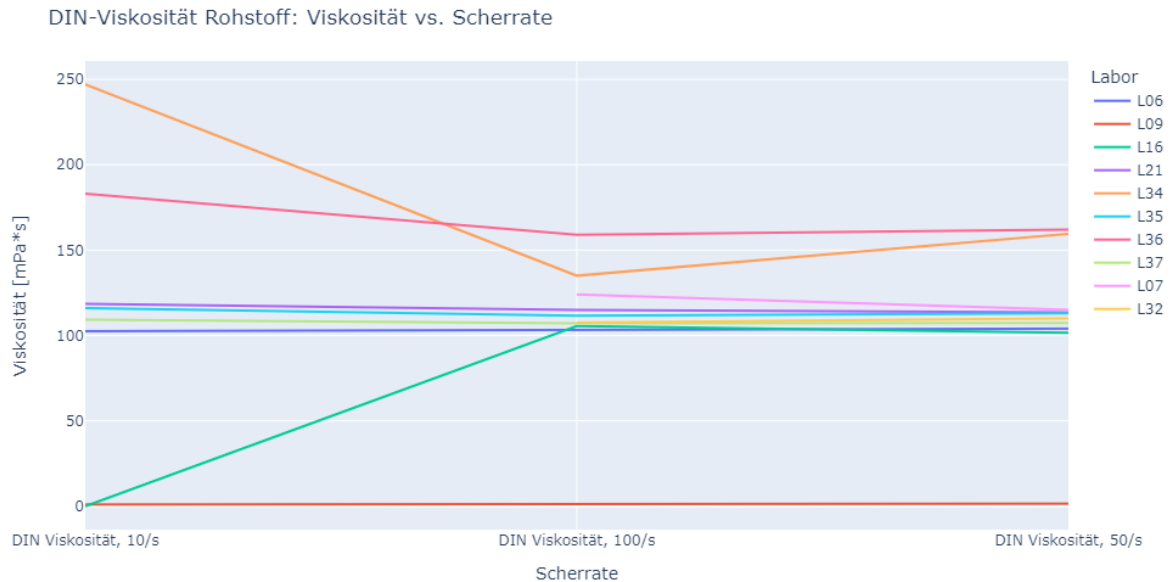


Abbildung 73: Rohstoff, DIN Viskosität, 100/s; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal DIN Viskosität, Rohstoff

Rohstoff 10/s: 8 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich
 Rohstoff 50/s: 10 Laboratorien teilgenommen, 7 waren erfolgreich
 Rohstoff 100/s: 10 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich



Auch hier ist die relative Vergleichsstandardabweichung bei der niedrigsten Scherrate mit ca. 70 % sehr hoch. Daher haben auch in diesem Fall alle Labore diesen Parameter erfolgreich abgeschlossen. 2 Labore (Labor 07 und 32) haben hier kein Ergebnis abgegeben, obwohl sie bei den höheren Scherraten Ergebnisse genannt haben. Labor 07 hat als Bemerkung angegeben "nicht messbar, Wert zu gering, Messwert 0 wird ausgegeben". Hier wurde die Plausibilität des Messergebnisses geprüft und richtigerweise das nicht plausible Ergebnis auch nicht angegeben. Labor 16 hat die Plausibilitätsprüfung wohl nicht durchgeführt und als Messergebnis 0 mPa*s angegeben. Nur wegen der sehr hohen relativen Vergleichsstandardabweichung wird das Ergebnis als erfolgreich gewertet.

Bei den höheren Scherraten von 50/s und 100/s sind die relativen Vergleichsstandardabweichungen mit 12 und 14% in einem akzeptablen Bereich. Labor 09 hat bei beiden Scherraten zu niedrige und Labor 36 zu hohe Viskositäten ermittelt. Für die zu niedrigen Werte von Labor 09 gilt das gleiche wie beim Kommentar zur DIN-Viskosität des Produktes.

Rohstoff, Ergebnisübersicht Brookfield Viskosität, 50 rpm

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Rheologie Brookfield [mPa*s]; 20°C, Brookfield Messung (Spindel LV62 bei 50 U/min, Able-
 sen nach 60s), die Messung muss im Probenbehälter erfolgen!; Ergebnisangabe ohne
 Nachkommastellen

Tabelle 33: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 9, (9)	Sollwert(berechnet): 96
rel. VerglStdAbw: 11.32 %	Toleranzbereich: 72 bis 120 (z'-Score <= 2.0)
rel. WiederholStdAbw: 1.60 %	

			L04: 96.5			
		L10: 90.9			L13: 112.5	L14: 92.5
		L17: 99.5	L18: 99.0			L21: 95.0
	L23: 341.5			L26: 82.5		

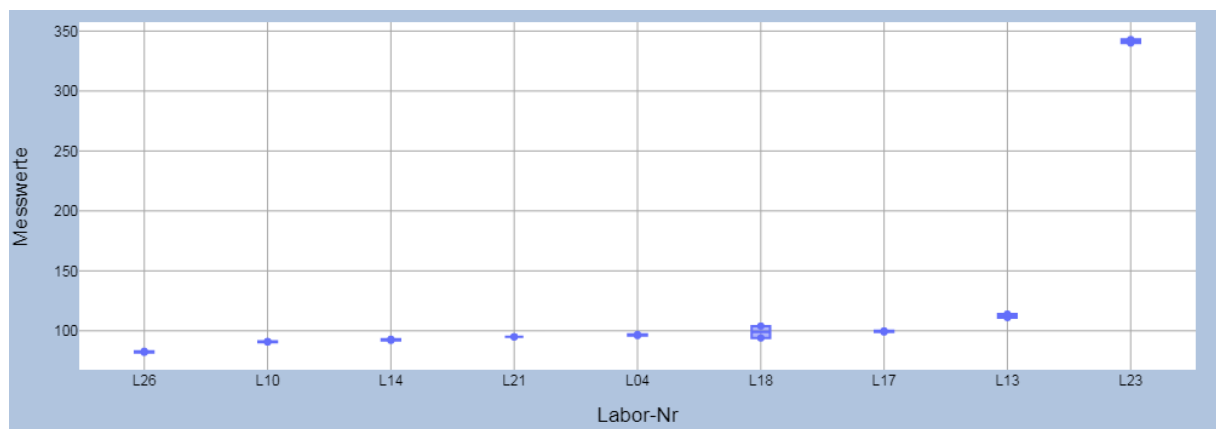


Abbildung 74: Rohstoff, Brookfield Viskosität, 50 rpm, graphische Darstellung der Messwerte

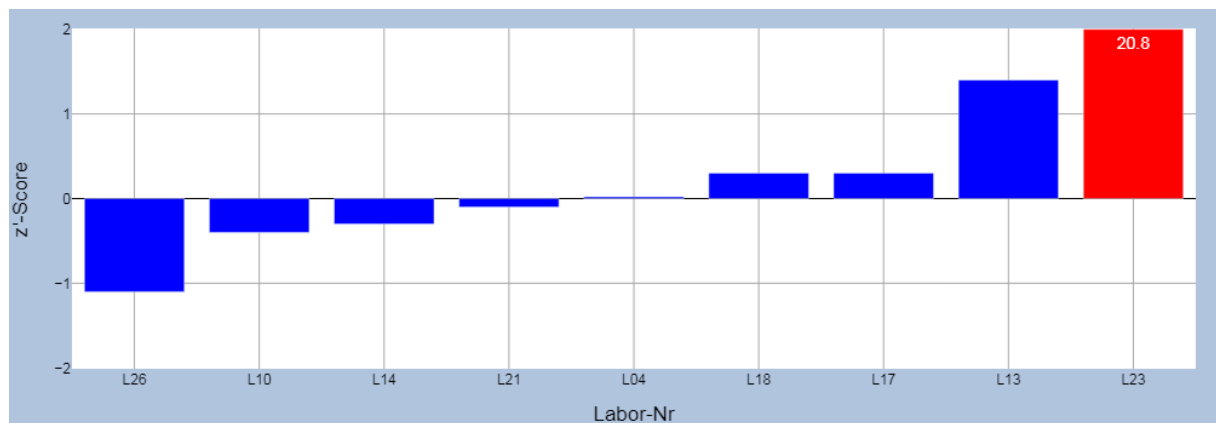


Abbildung 75: Rohstoff, Brookfield Viskosität, 50 rpm; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Brookfield Viskosität, 50 rpm

Rohstoff: 9 Laboratorien teilgenommen, 8 waren erfolgreich

Die relative Vergleichsstandardabweichung liegt mit ca. 11% im üblichen Bereich.

Labor 23 hat einen wesentlich zu hohen Wert bestimmt. Wir empfehlen Labor 23 bei seinem Messgerät eine Leerlaufmessung durchzuführen und den Nullpunkt des Gerätes zu kontrollieren.

Wie auch bei der Brookfield-Messung des Produktes zeigt es sich, dass mit dieser relativen Messgeometrie – unabhängig vom verwendeten Messgerät (Torsionsfeder oder Motorstrom) - sehr gut reproduzierbare Ergebnisse über den gesamten Messbereich möglich sind, wenn die messtechnischen Vorgaben eingehalten werden,

Rohstoff, Ergebnisübersicht Aniontensid

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Aniontensid [g/100g]; MG=382g/mol; Ergebnisangabe mit 1 Nachkommastelle

Tabelle 34: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 18, (18)		Sollwert(berechnet): 26.8				
rel. VerglStdAbw: 2.10 %		Toleranzbereich: 25.6 bis 27.9 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 0.54 %						
				L05: 26.70		L07: 28.80
L08: 26.96			L11: 26.60	L12: 25.80		
	L16: 26.70		L18: 26.65		L20: 26.40	L21: 27.55
L22: 27.10		L24: 26.65	L25: 26.40			L28: 26.25
L29: 26.98	L30: 26.60	L31: 26.96	L32: 27.25			
	L37: 26.70					

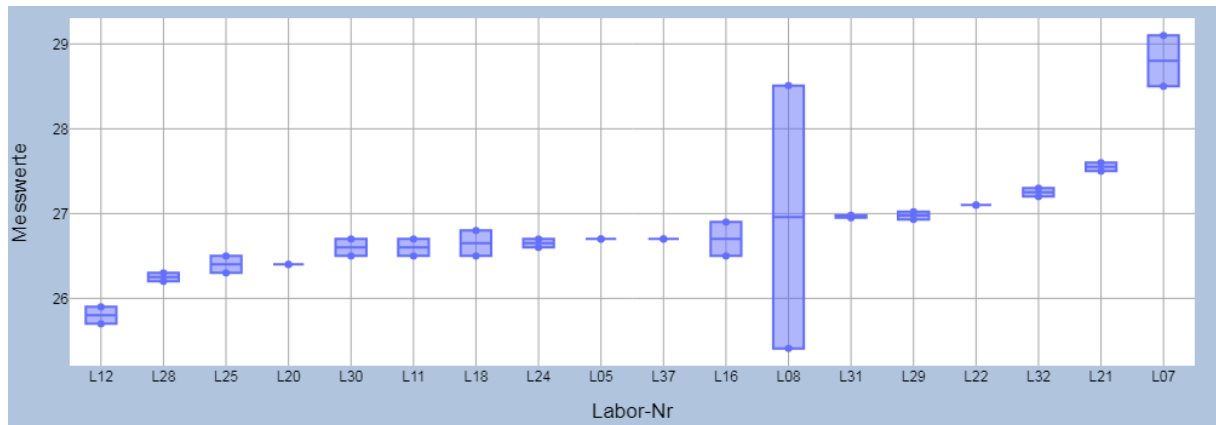


Abbildung 76: Rohstoff, Aniontensid, graphische Darstellung der Messwerte

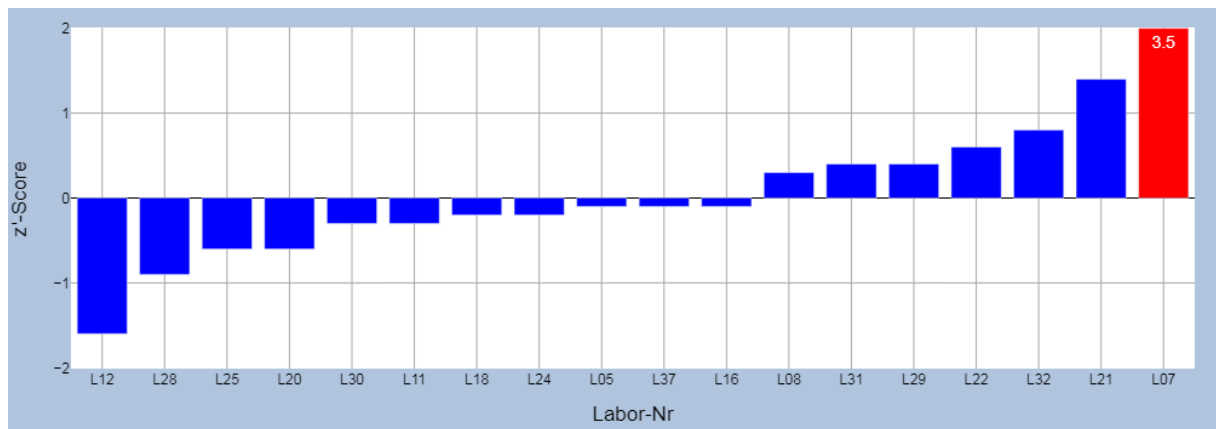


Abbildung 77: Rohstoff, Aniontensid; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Aniontensid

Rohstoff: 18 Laboratorien teilgenommen, 17 waren erfolgreich

Die relative Vergleichsstandardabweichung ist hier mit 2.1% wie erwartet gut. Auffällig sind die beiden stark unterschiedlichen Einzelmessungen von Labor 8.

Rohstoff, Ergebnisübersicht 1,4 Dioxan

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 1,4 Dioxan [mg/kg]; Ergebnisangabe mit 2 Nachkommastellen

Tabelle 35: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 10, (10)		Sollwert(berechnet): 4.90			
rel. VerglStdAbw: 14.49 %		Toleranzbereich: 3.37 bis 6.43 (z'-Score <= 2.0)			
rel. WiederholStdAbw: 2.26 %					
	L02: 5.725				
L08: 4.945			L11: 3.800		
					L21: 5.415
L22: 5.535		L24: 5.500	L25: 4.995		
		L31: 4.720		L34: 4.500	
	L37: 3.605				

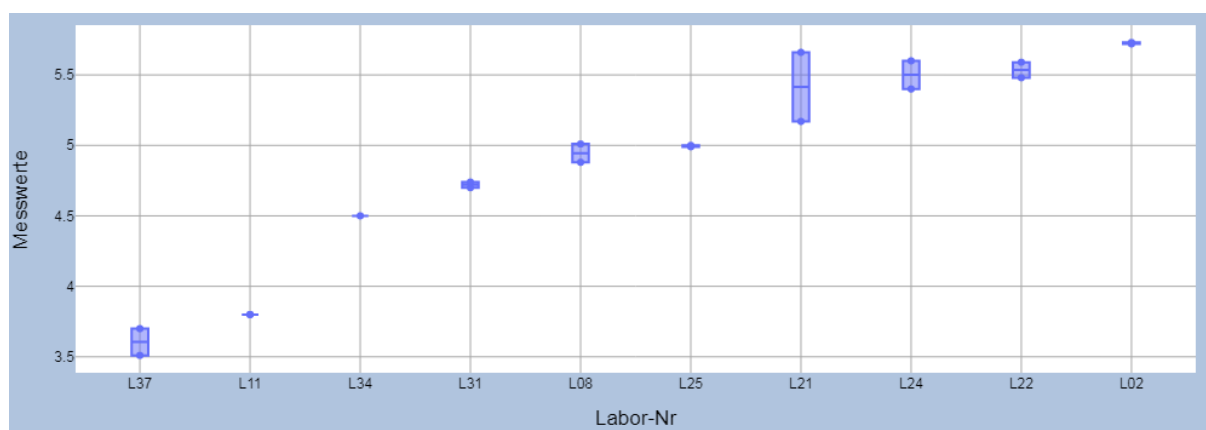


Abbildung 78: Rohstoff, 1,4 Dioxan, graphische Darstellung der Messwerte

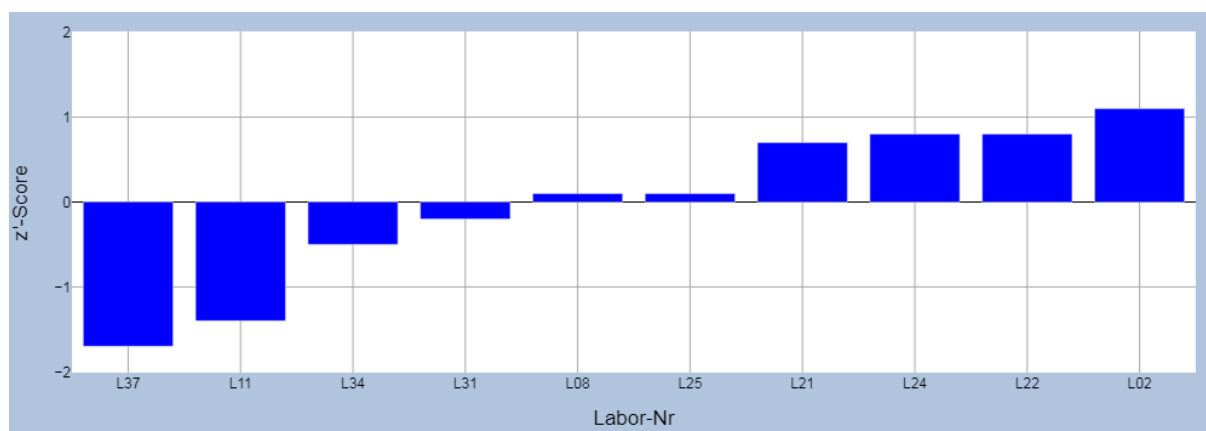


Abbildung 79: Rohstoff, 1,4 Dioxan; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal 1,4 Dioxan

Rohstoff: 10 Laboratorien teilgenommen, 10 waren erfolgreich

Die relative Vergleichsstandardabweichung von ca. 15% ist für den niedrigen Dioxangehalt von unter 5ppm als gut zu bewerten.

Rohstoff, Ergebnisübersicht Sulfat

Vorgaben zu den Messbedingungen und zur Ergebnisangabe:
 Sulfat [g/100g]; berechnet als Natriumsulfat; Ergebnisangabe mit 3 Nachkommastellen

Tabelle 36: Statistische Daten der Messergebnisse und Labormittelwerte

Anzahl Labore: 6, (6)	Sollwert(berechnet): 0.126				
rel. VerglStdAbw: 36.57 %	Toleranzbereich: 0.023 bis 0.230 (z'-Score <= 2.0)				
rel. WiederholStdAbw: 1.16 %					
			L11: 0.1280		
				L20: 0.1370	
L22: 0.0995		L24: 0.1000	L25: 0.1640		
	L37: 0.1300				

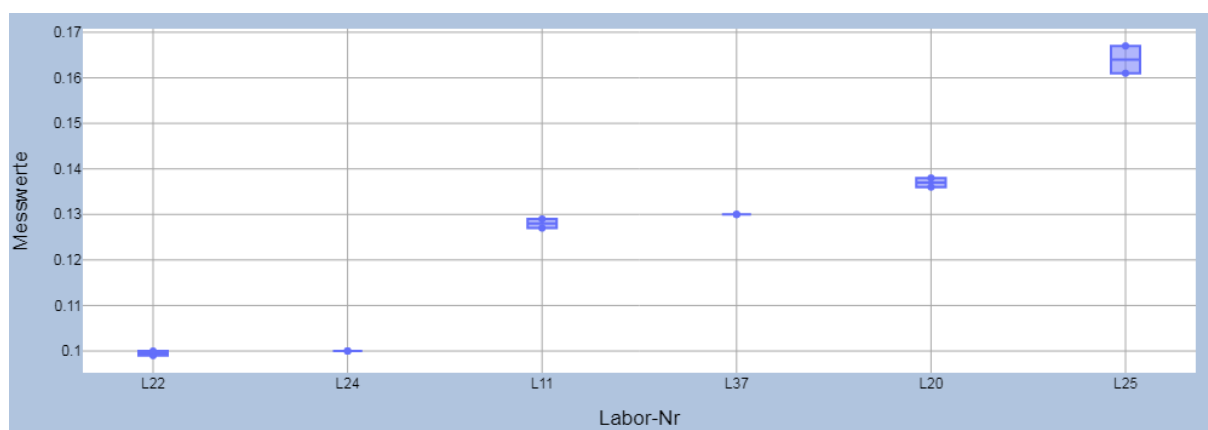


Abbildung 80: Rohstoff, Sulfat, graphische Darstellung der Messwerte

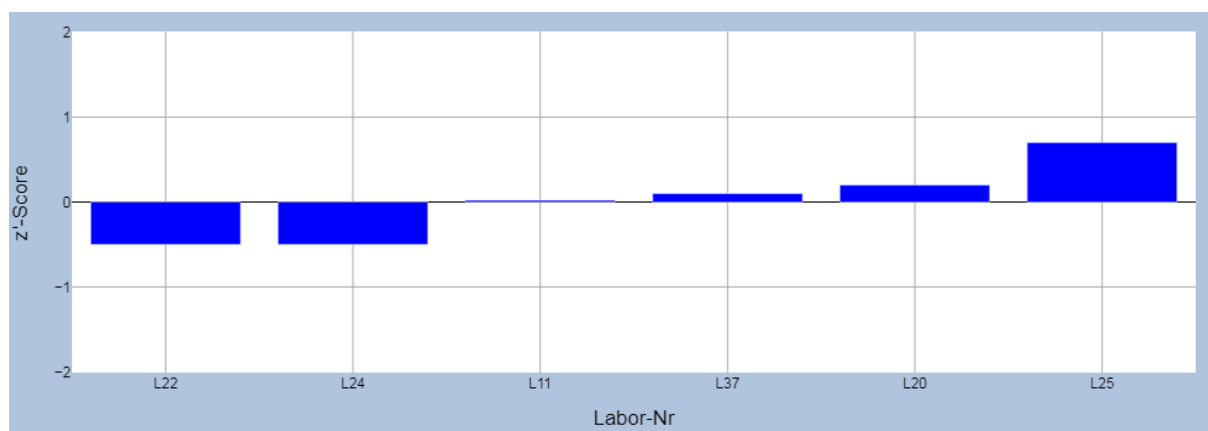


Abbildung 81: Rohstoff, Sulfat; graphische Darstellung der z'-Scores der Teilnehmer

Kommentar der Fachgruppe zum Merkmal Sulfat

Rohstoff: 6 Laboratorien teilgenommen, 6 waren erfolgreich

Der Parameter Sulfat wurde mit einer relativen Vergleichsstandardabweichung von fast 40% bestimmt. Dieser sehr hohe Wert deckt sich jedoch mit den Ergebnissen früherer Ringversuche.

Anhang

Zusammengefasste Ergebnisse der teilnehmenden Labore.

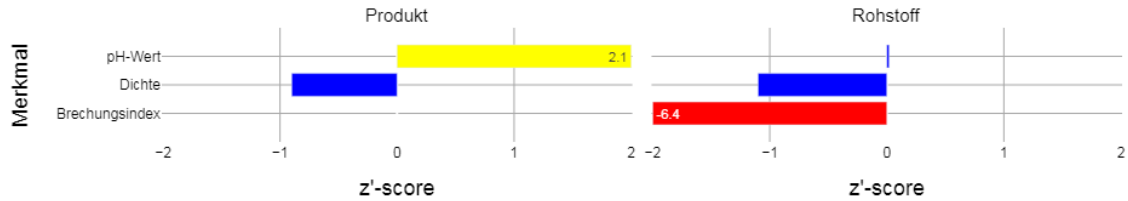


Abbildung 82: Ergebnisse von Labor L01 (teilgenommen)

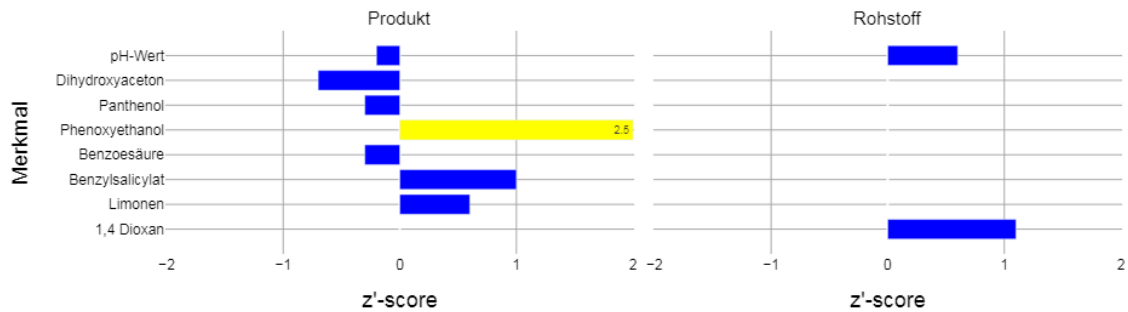


Abbildung 83: Ergebnisse von Labor L02 (erfolgreich teilgenommen)

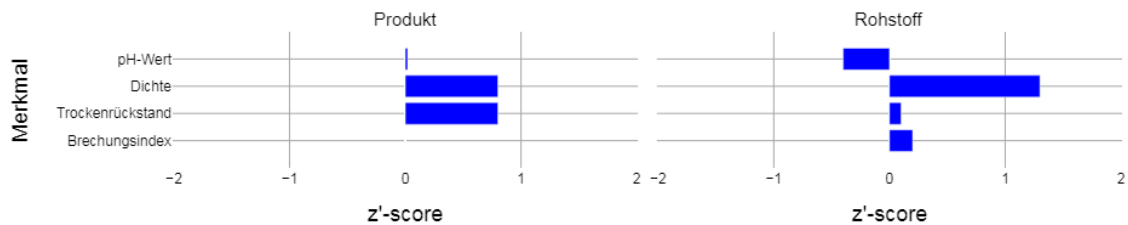


Abbildung 84: Ergebnisse von Labor L03 (erfolgreich teilgenommen)

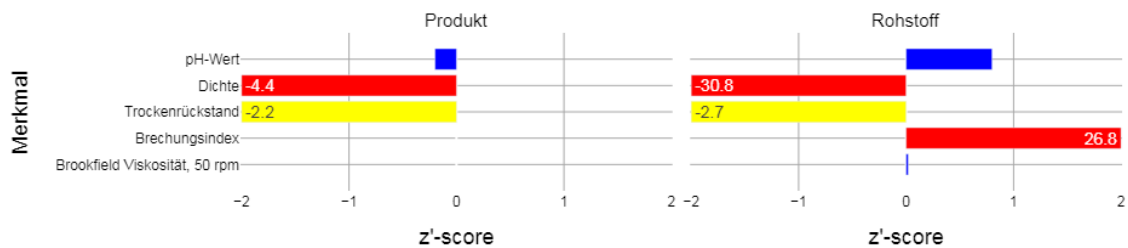


Abbildung 85: Ergebnisse von Labor L04 (teilgenommen)

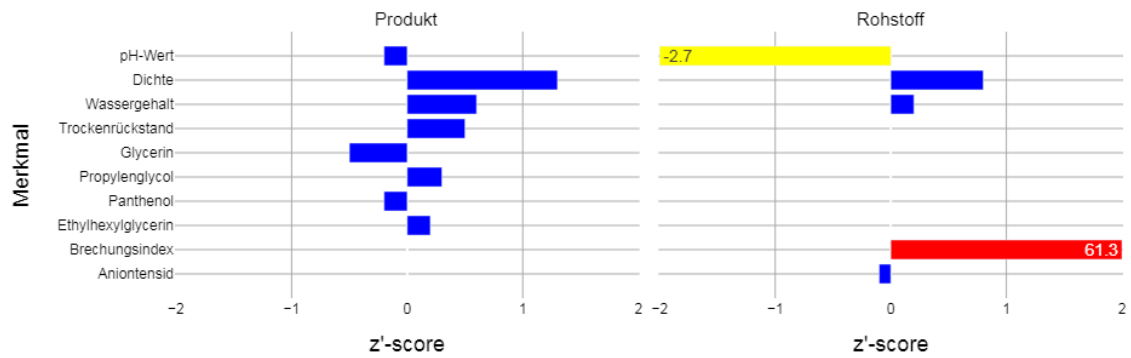


Abbildung 86: Ergebnisse von Labor L05 (erfolgreich teilgenommen)

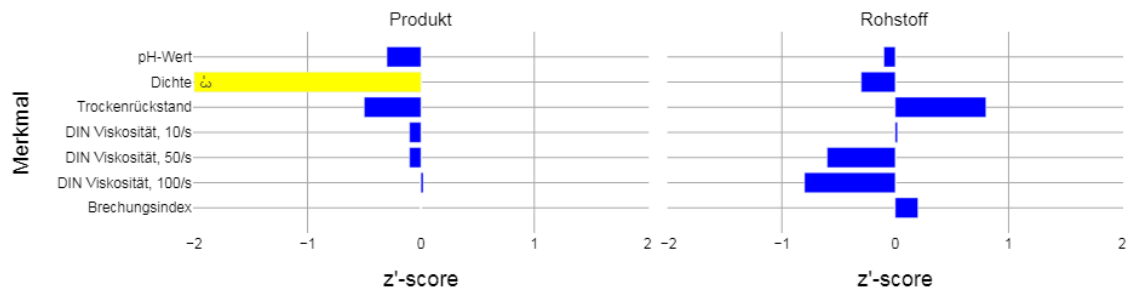


Abbildung 87: Ergebnisse von Labor L06 (erfolgreich teilgenommen)

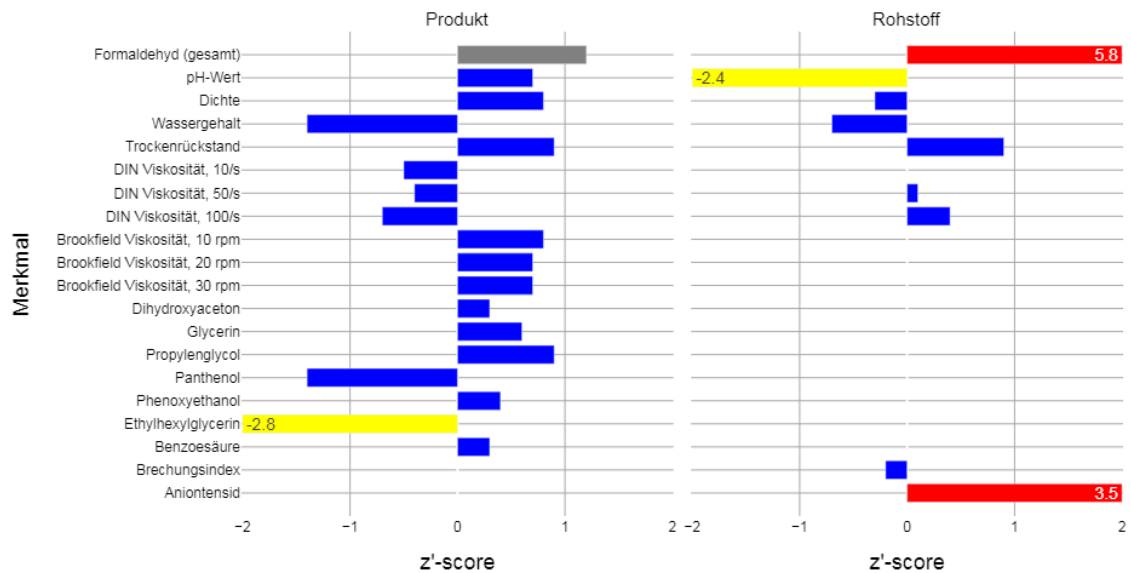


Abbildung 88: Ergebnisse von Labor L07 (erfolgreich teilgenommen)

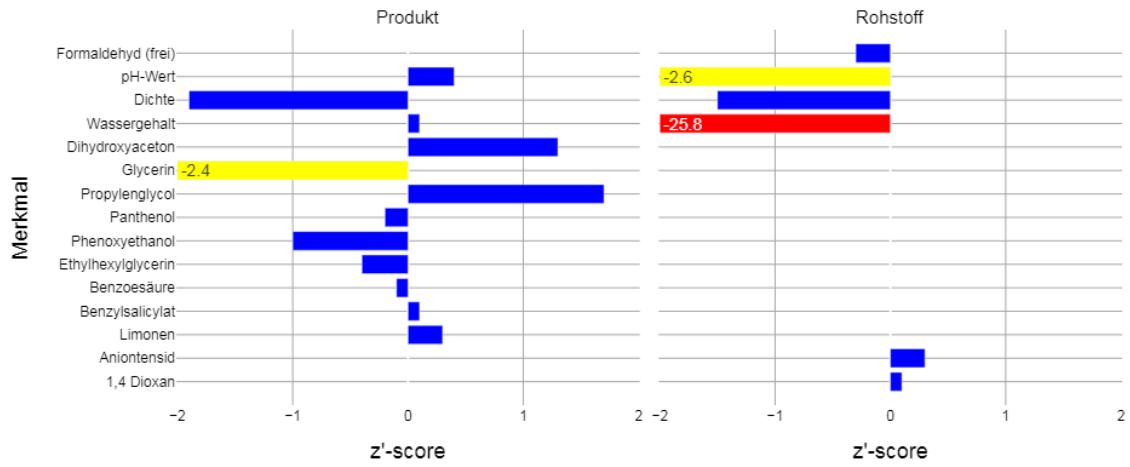


Abbildung 89: Ergebnisse von Labor L08 (erfolgreich teilgenommen)

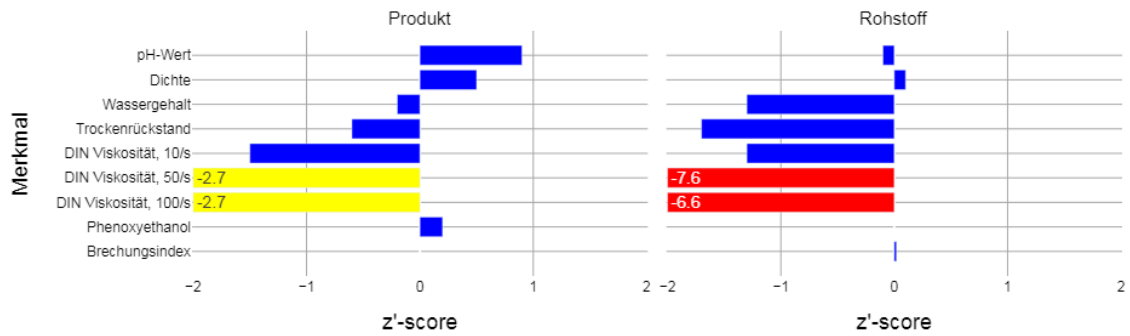


Abbildung 90: Ergebnisse von Labor L09 (teilgenommen)

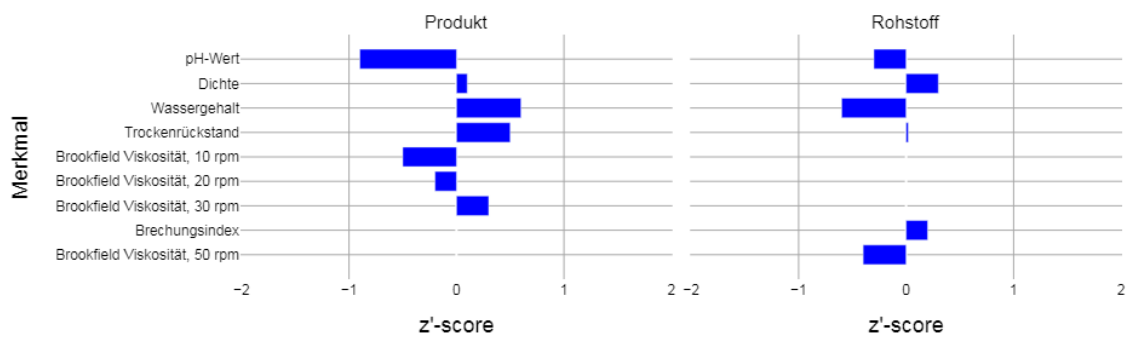


Abbildung 91: Ergebnisse von Labor L10 (erfolgreich teilgenommen)

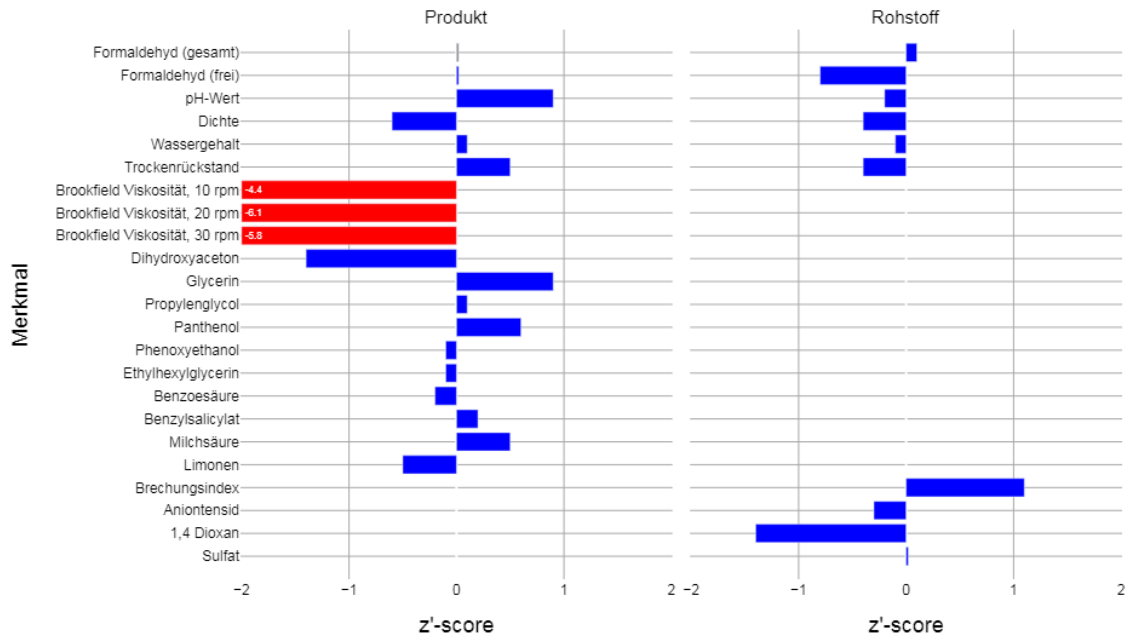


Abbildung 92: Ergebnisse von Labor L11 (erfolgreich teilgenommen)

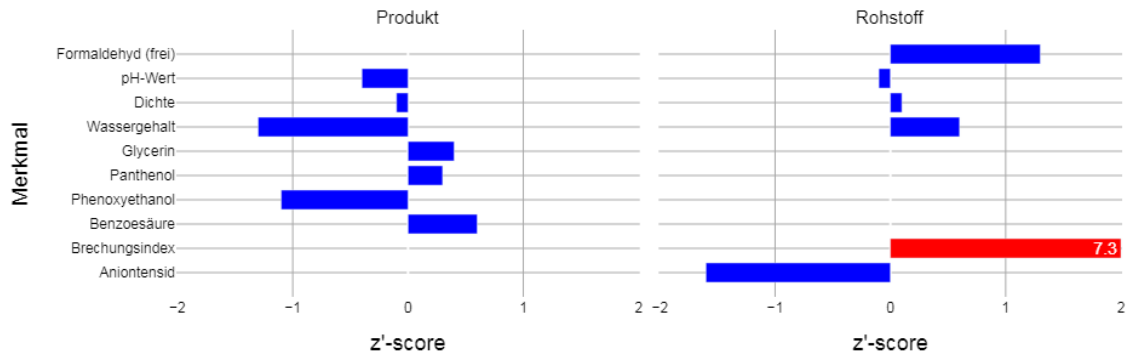


Abbildung 93: Ergebnisse von Labor L12 (erfolgreich teilgenommen)

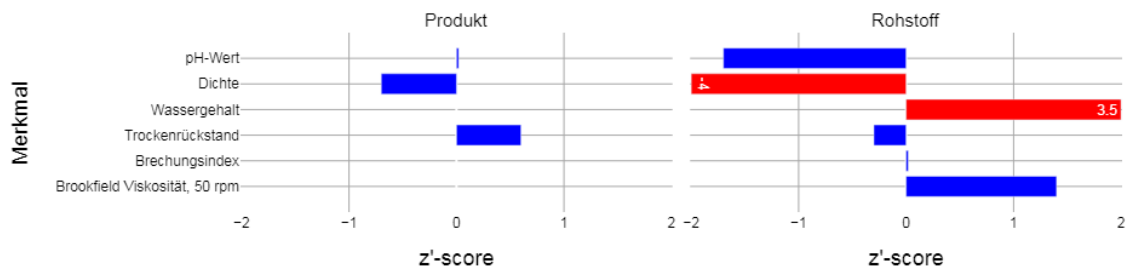


Abbildung 94: Ergebnisse von Labor L13 (teilgenommen)

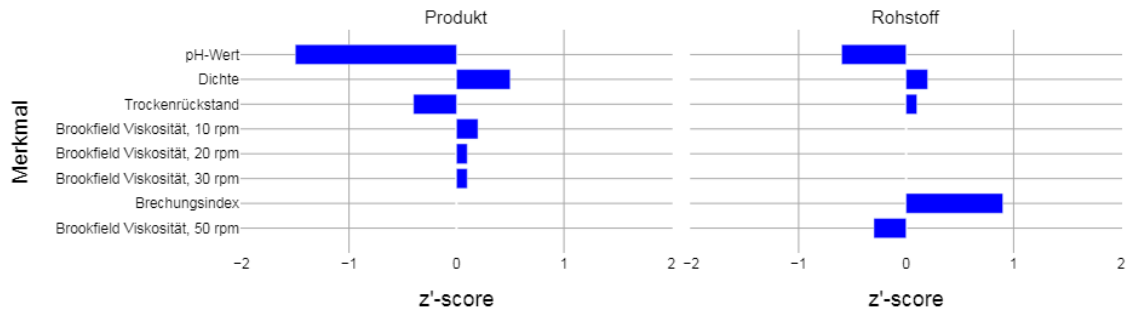


Abbildung 95: Ergebnisse von Labor L14 (erfolgreich teilgenommen)

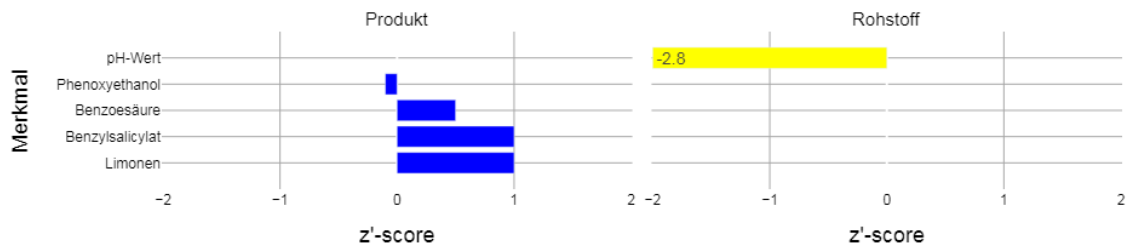


Abbildung 96: Ergebnisse von Labor L15 (erfolgreich teilgenommen)

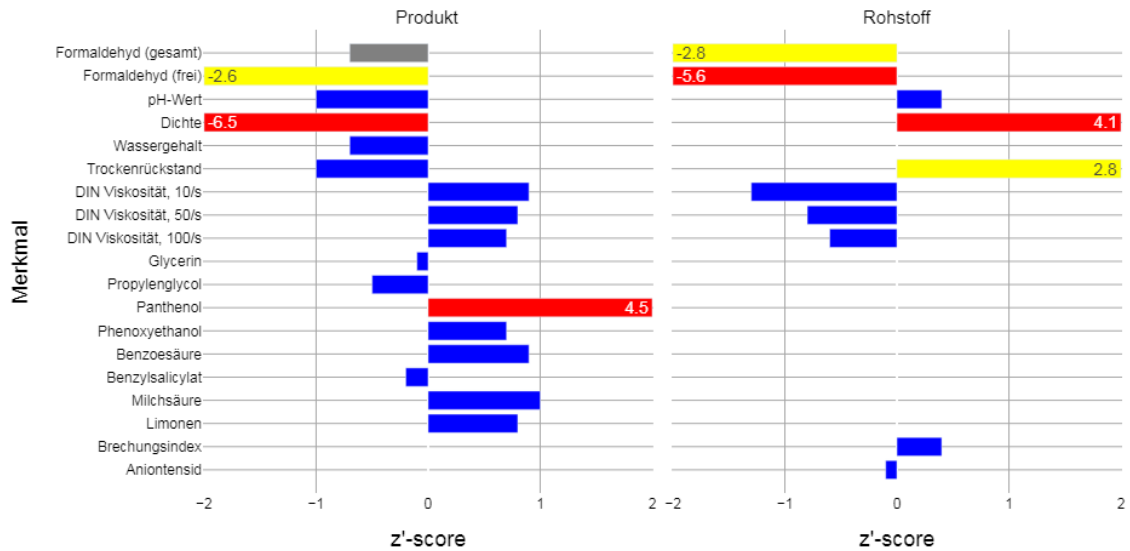


Abbildung 97: Ergebnisse von Labor L16 (teilgenommen)

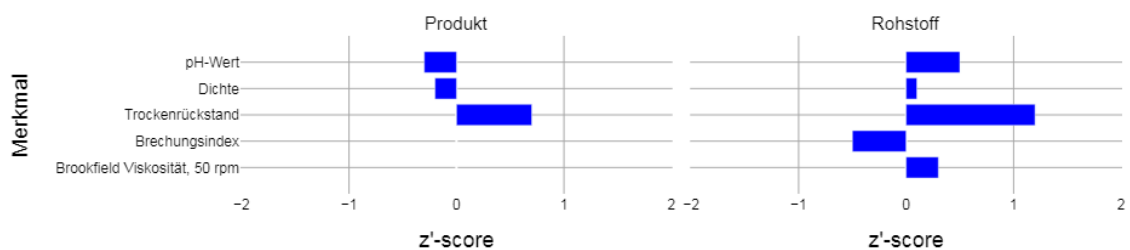


Abbildung 98: Ergebnisse von Labor L17 (erfolgreich teilgenommen)

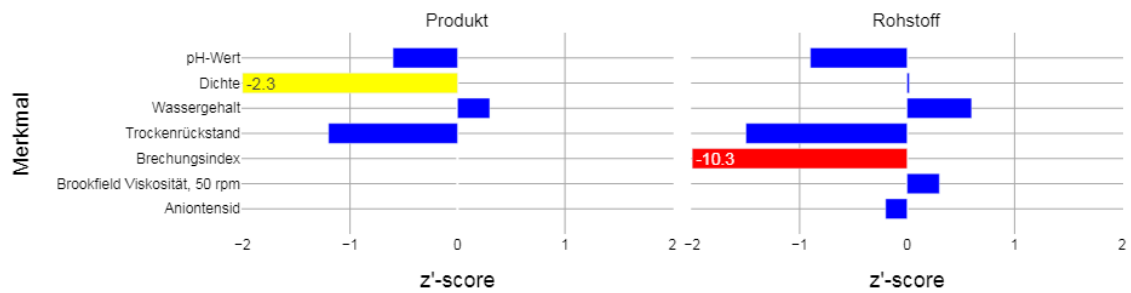


Abbildung 99: Ergebnisse von Labor L18 (erfolgreich teilgenommen)

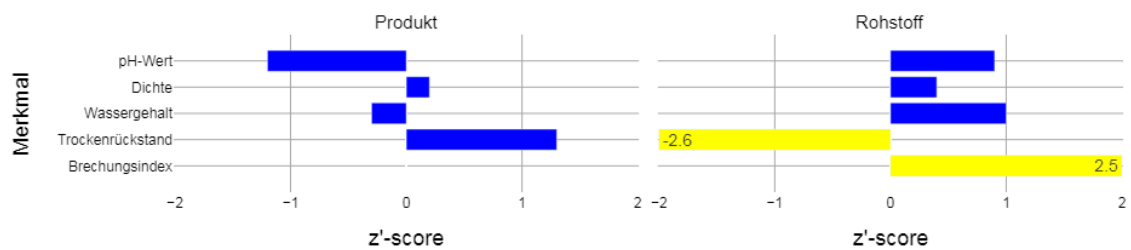


Abbildung 100: Ergebnisse von Labor L19 (teilgenommen)

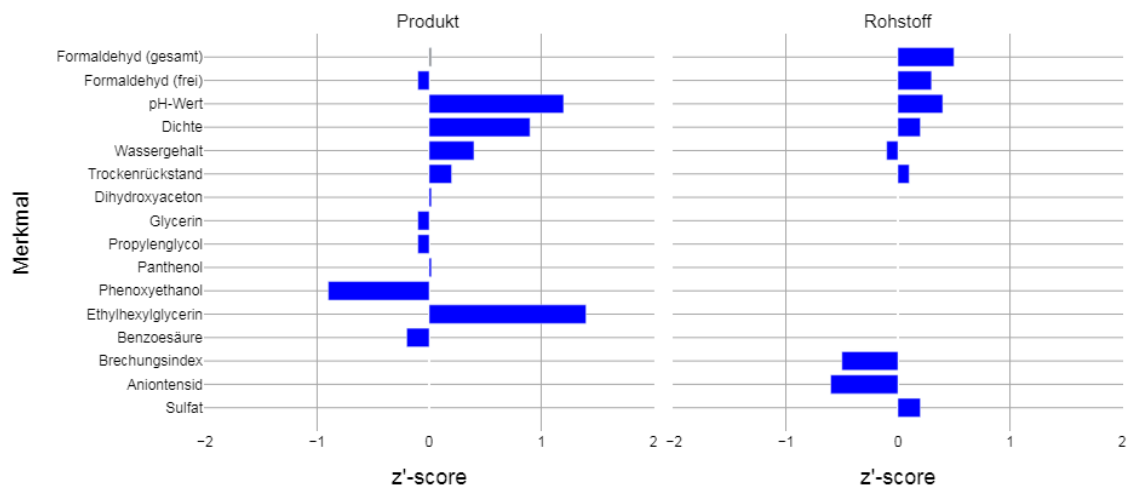


Abbildung 101: Ergebnisse von Labor L20 (erfolgreich teilgenommen)

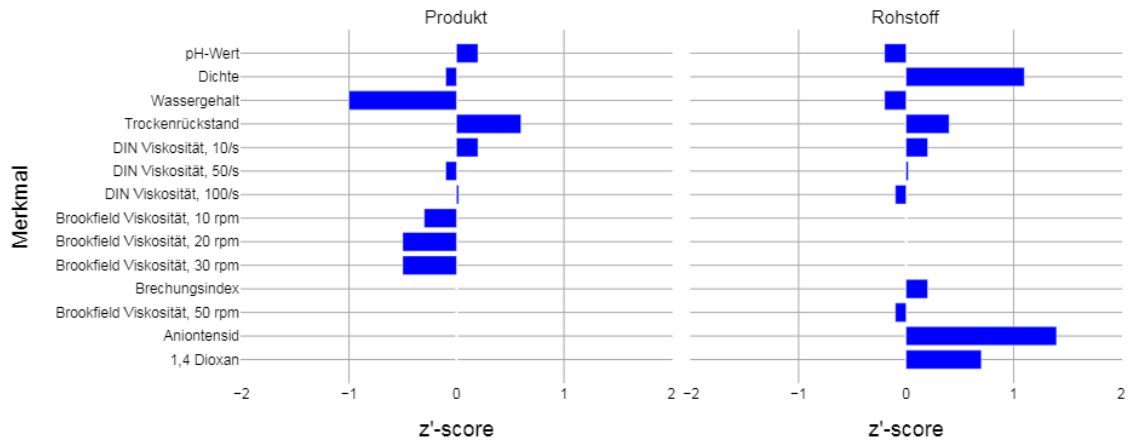


Abbildung 102: Ergebnisse von Labor L21 (erfolgreich teilgenommen)

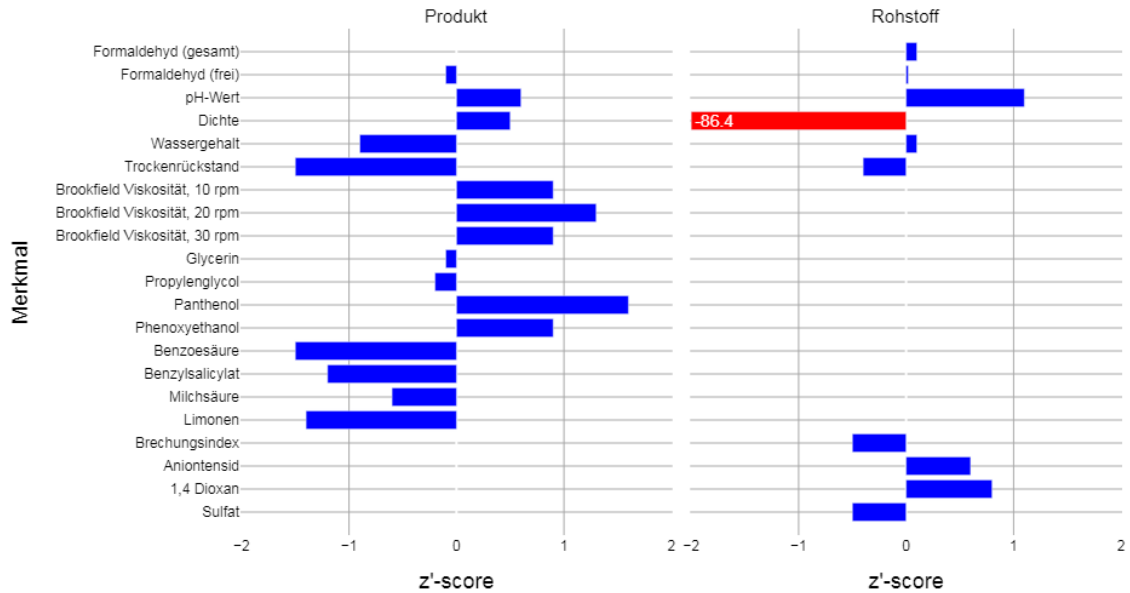


Abbildung 103: Ergebnisse von Labor L22 (erfolgreich teilgenommen)

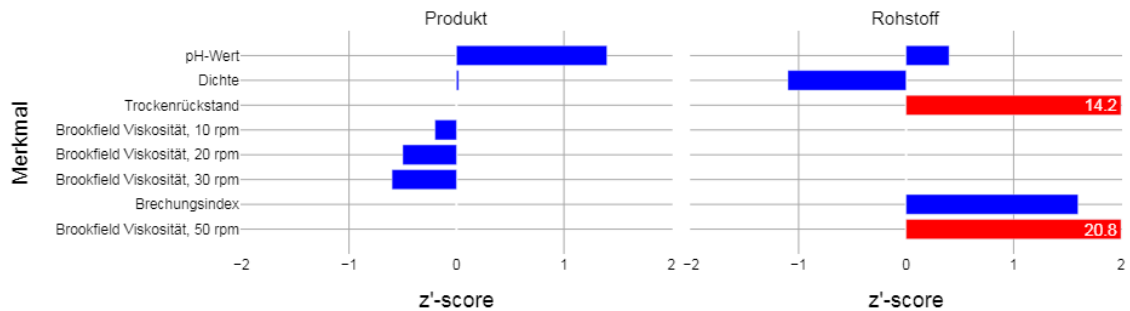


Abbildung 104: Ergebnisse von Labor L23 (erfolgreich teilgenommen)

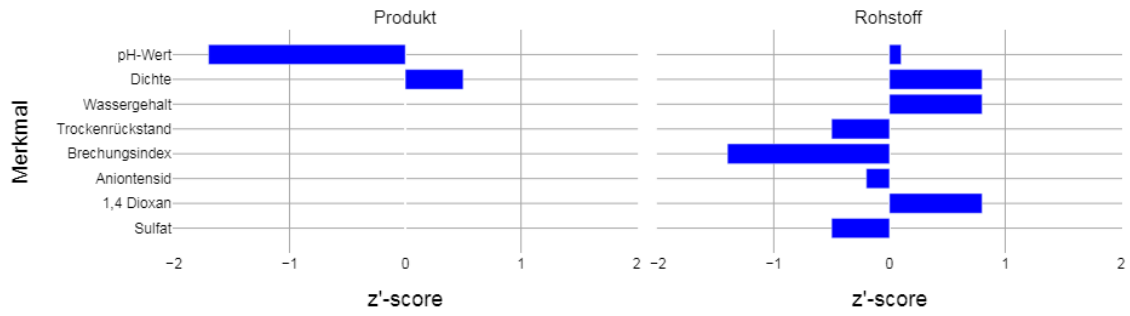


Abbildung 105: Ergebnisse von Labor L24 (erfolgreich teilgenommen)

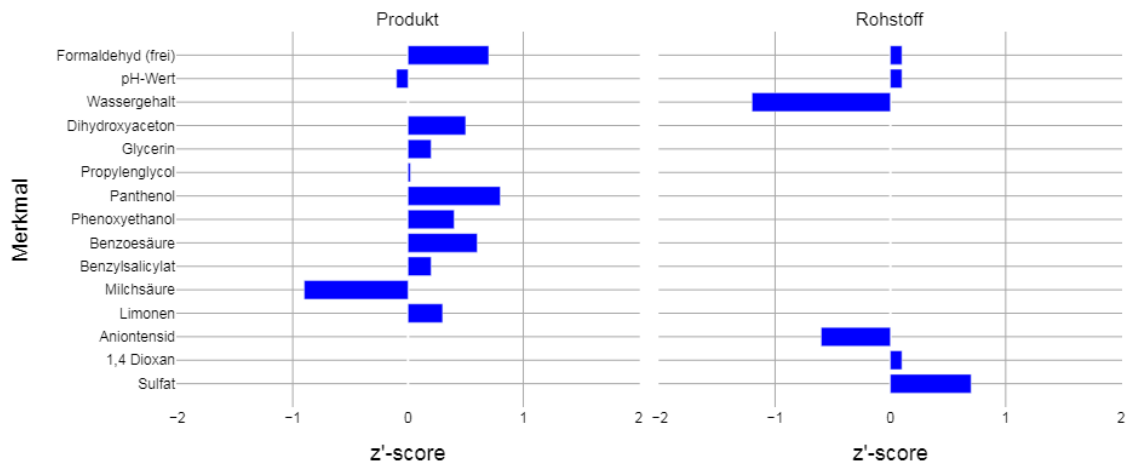


Abbildung 106: Ergebnisse von Labor L25 (erfolgreich teilgenommen)

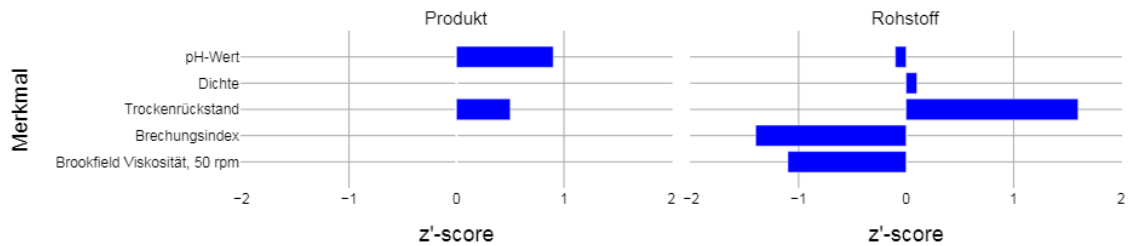


Abbildung 107: Ergebnisse von Labor L26 (erfolgreich teilgenommen)

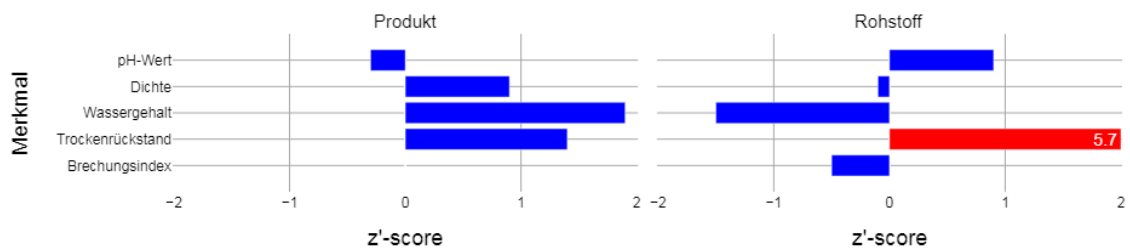


Abbildung 108: Ergebnisse von Labor L27 (erfolgreich teilgenommen)

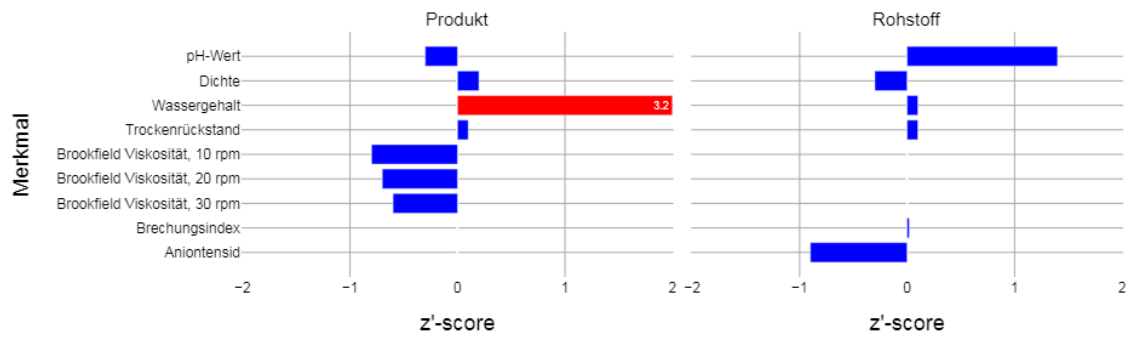


Abbildung 109: Ergebnisse von Labor L28 (erfolgreich teilgenommen)

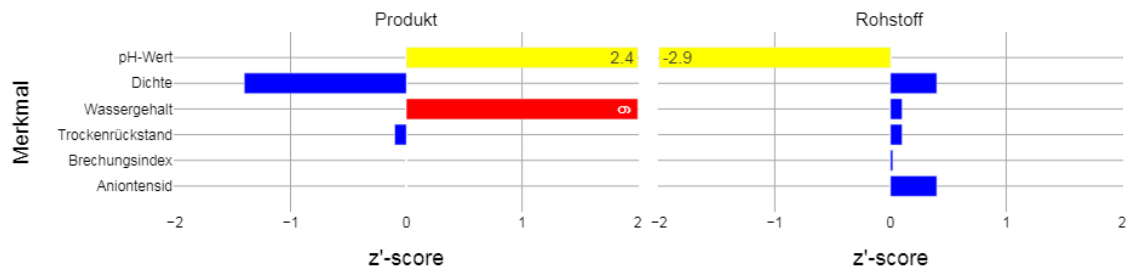


Abbildung 110: Ergebnisse von Labor L29 (teilgenommen)

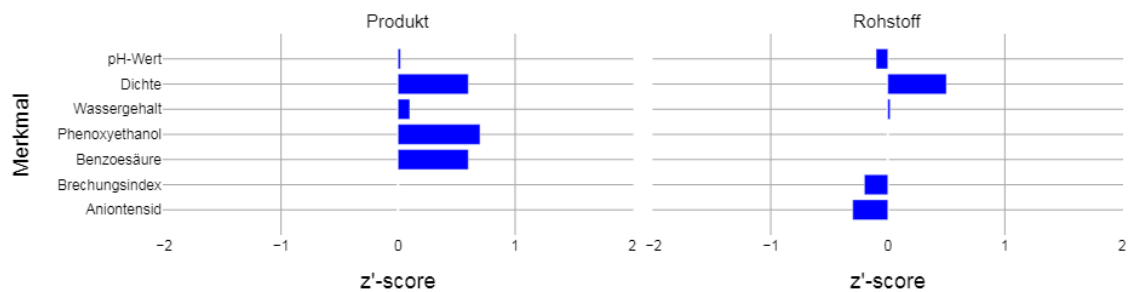


Abbildung 111: Ergebnisse von Labor L30 (erfolgreich teilgenommen)

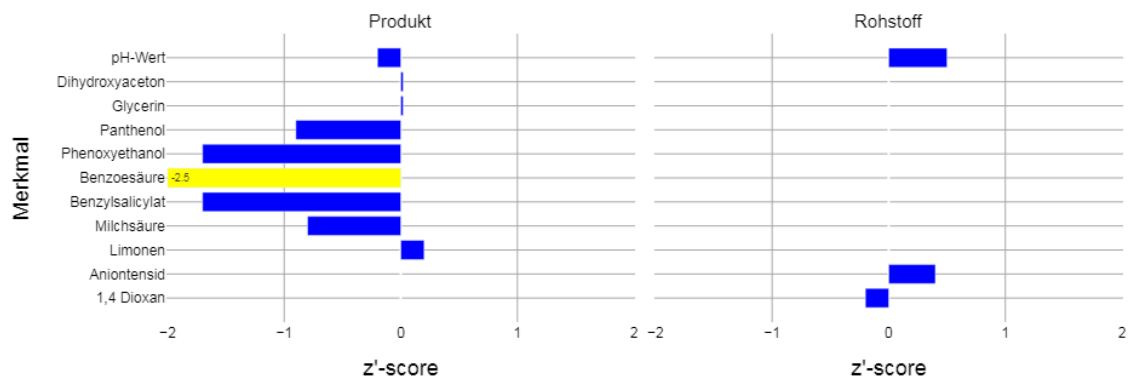


Abbildung 112: Ergebnisse von Labor L31 (erfolgreich teilgenommen)

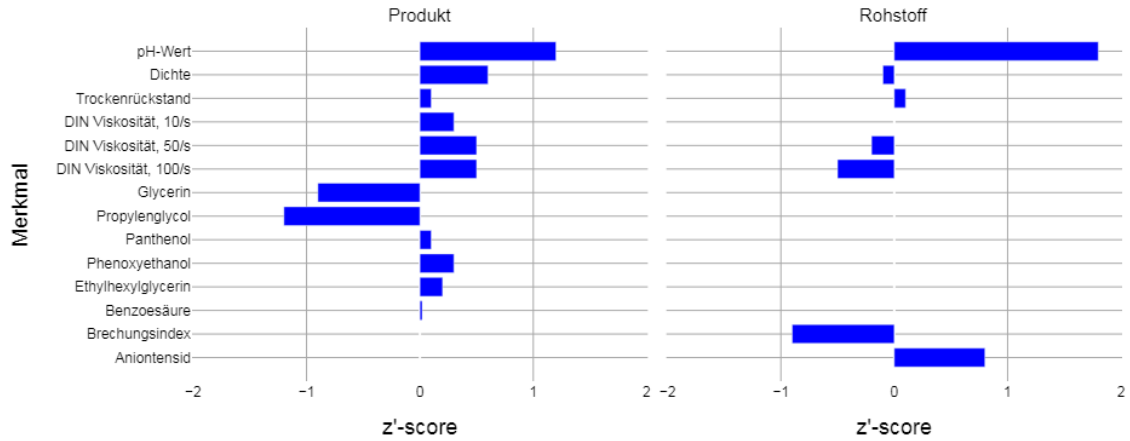


Abbildung 113: Ergebnisse von Labor L32 (erfolgreich teilgenommen)

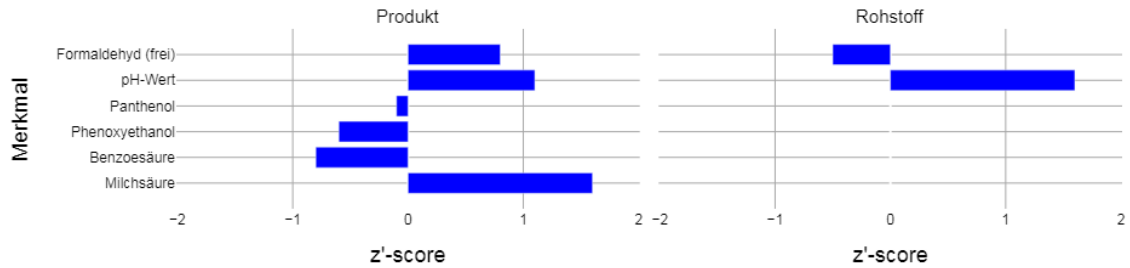


Abbildung 114: Ergebnisse von Labor L33 (erfolgreich teilgenommen)

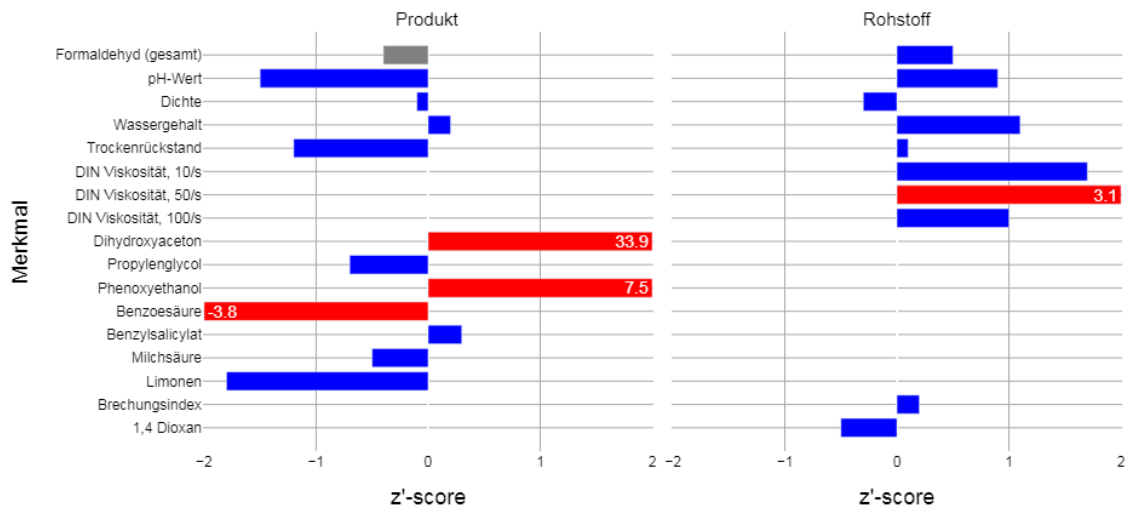


Abbildung 115: Ergebnisse von Labor L34 (erfolgreich teilgenommen)

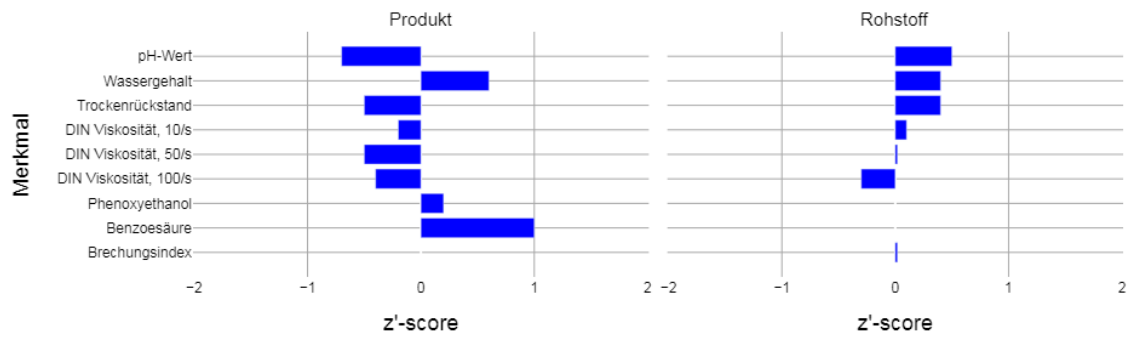


Abbildung 116: Ergebnisse von Labor L35 (erfolgreich teilgenommen)

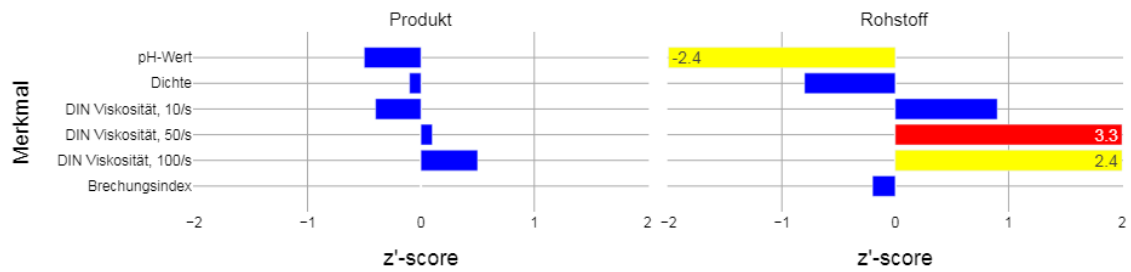


Abbildung 117: Ergebnisse von Labor L36 (teilgenommen)

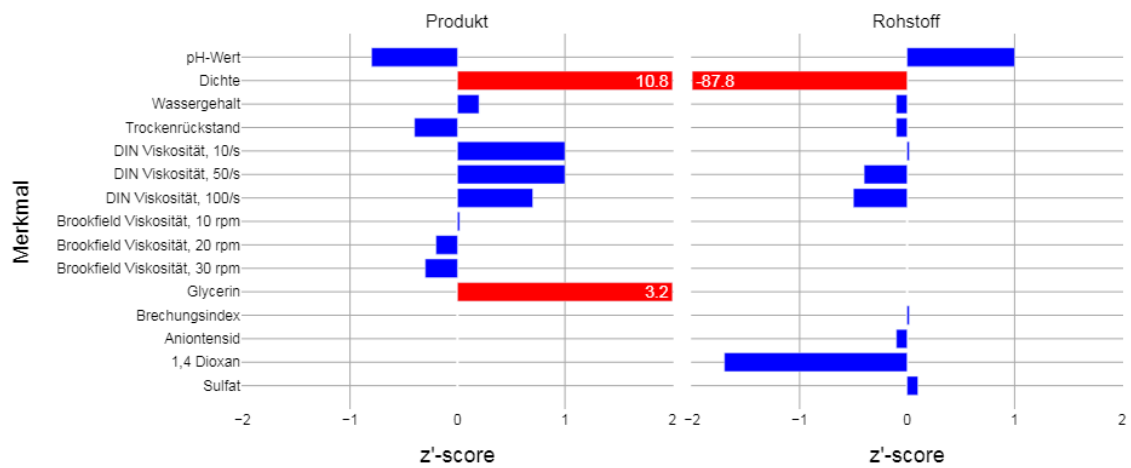


Abbildung 118: Ergebnisse von Labor L37 (erfolgreich teilgenommen)