

Ringversuch 2005

Bestimmung physikalisch-chemischer
Parameter in einem Shampoo, in
einem Sonnenschutzprodukt und in
einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Darmstadt, im Dezember 2005

Anton Wittersheim
c/o KPSS GmbH
KAO Professional Salon Services
Corporate Quality Management
Pfungstädter Str. 92-100
64297 Darmstadt

Dr. Claus-Peter Kramer
c/o Dr. Fintelmann & Dr. Meyer
Handels- und Umweltschutz Laboratorien
GmbH
Mendelssohnstr. 15D
22751 Hamburg

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen.....	5
Zusammenfassung und Ausblick.....	7
Auswertung der Messwerte	9
Shampoo, Trockenrückstand	9
Shampoo, pH-Wert.....	11
Shampoo, Viskosität.....	13
Shampoo, anionische Tenside	16
Sonnenschutzprodukt, Trockenrückstand	18
Sonnenschutzprodukt, pH-Wert	20
Sonnenschutzprodukt, Viskosität	22
Sonnenschutzprodukt, Ethylhexymethoxycinnamate	24
Sonnenschutzprodukt, Butylmethoxydibenzoylmethane	26
Sonnenschutzprodukt, 4-Methylbenzylidene Camphor	28
Sonnenschutzprodukt, Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid	30
Sonnenschutzprodukt, 2-Phenoxyethanol.....	32
Sonnenschutzprodukt, Methylparaben	34
Sonnenschutzprodukt, Propylparaben	36
Sonnenschutzprodukt, Glycerin	38
Sonnenschutzprodukt, 1,2-Propandiol	40
Rohstoff Polysorbate 20, Säurezahl.....	42
Rohstoff Polysorbate 20, Verseifungszahl	44
Rohstoff Polysorbate 20, Hydroxylzahl	46
Rohstoff Polysorbate 20, Wassergehalt	48

Allgemeines

In den Jahren 2003 und 2004 wurden durch die Fachgruppe 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). Am Ringversuch 2003 nahmen 16 Laboratorien teil, am Ringversuch 2004 nahmen 35 Laboratorien teil. Aufgrund dieser positiven Resonanz entschloss sich die Fachgruppe, auch in 2005 einen Ringversuch durchzuführen.

Untersucht werden sollten diesmal ein handelsübliches Shampoo, ein Sonnenschutzprodukt und ein Rohstoff (Polysorbate 20). Die entsprechenden Produktmuster wurden durch Mitglieder der Fachgruppe aus der laufenden Produktion ihrer jeweiligen Betriebe in einem neutralem Gebinde zur Verfügung gestellt.

Untenstehende, nach Meinung der Fachgruppe typische und in der Praxis der Qualitätskontrolle relevante Parameter mit den zur Durchführung unmittelbar notwendigen Bedingungen waren zur Prüfung vorgesehen:

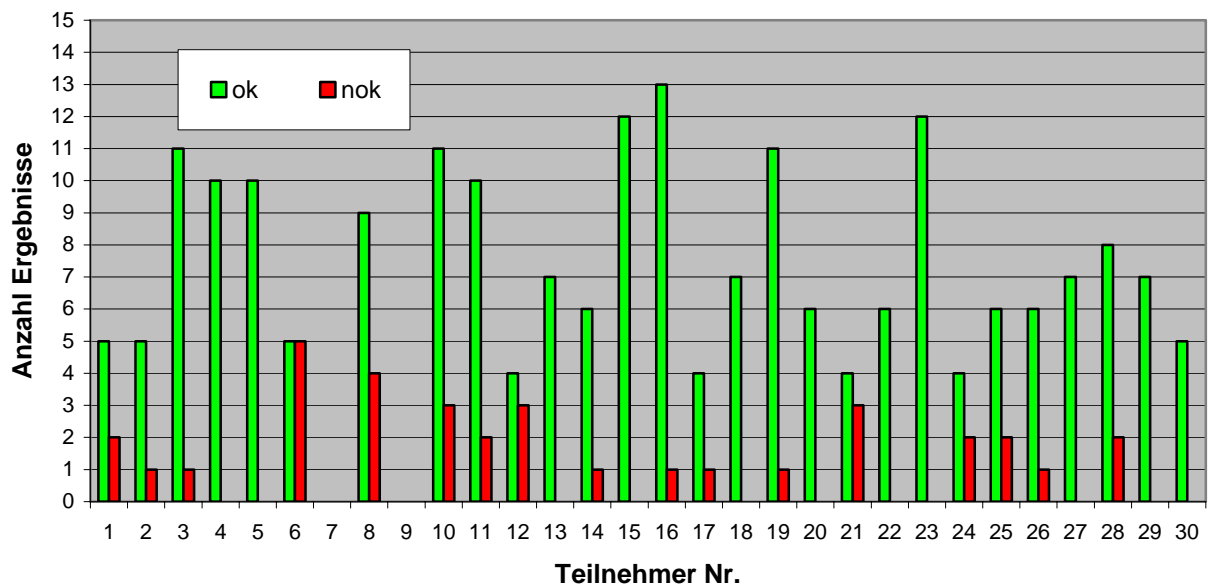
Shampoo		Sonnenschutzprodukt		Rohstoff	
Parameter	Bedingung	Parameter	Bedingung	Parameter	Bedingung
Trockenrückstand	% m/m	Trockenrückstand	% m/m	Säurezahl	mg KOH/g
pH-Wert	20°C	pH-Wert	20°C	Verseifungszahl	mg KOH/g
Dynamische Viskosität	20°C, Brookfield Typ RVT, Spindel 3, 10 rpm, mPa*s	Dynamische Viskosität	20°C, Brookfield Typ RVT, Spindel 3, 10 rpm, mPa*s	Hydroxylzahl	mg KOH/g
Summe anionischer Tenside	Ber. als Natrium Laureth Sulfate (Molmasse 385 g/mol, % m/m)	Ethylhexylmethoxycinnamate	% m/m	Wassergehalt	% m/m
		Butylmethoxydibenzoylmethane	% m/m		
		4-Methylbenzylidenecamphor	% m/m		
		Phenylbenzimidazolesulfonic Acid	% m/m		
		2-Phenoxyethanol	% m/m		
		Methylparaben	% m/m		
		Propylparaben	% m/m		
		Glycerin	% m/m		
		1,2-Propandiol	% m/m		

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2005 als Laborvergleichsuntersuchung konzipiert und dient nicht der Validierung von Prüfmethoden, daher wurden den Teilnehmern keine Methoden vorgegeben.

Der Probenversand wurde im Juli 2005 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 30. September 2005. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte im Oktober 2005. Die statistische Auswertung und die Diskussion der Ergebnisse auf der Fachgruppensitzung am 04.11.2004 in Darmstadt bildeten die Grundlage für dieses Ringversuchsprotokoll.

Im folgenden Diagramm sind die Ergebnisse der Teilnehmer zusammengefasst. Als Kriterium für ein „ok“ oder ein „nok“ Ergebnis wird die durch die Norm 38402-A42 (s. nächstes Kapitel) vorgeschriebene Bestimmung des Mittelwertes und die Bewertung durch die Z_u Scores angewendet.

Ergebnisse pro Teilnehmer



Voraussetzungen

Grundlage:

Die Grundlage für die Durchführung und Auswertung des Ringversuchs ist die Norm DIN38402-A45, welche die Kriterien für die Durchführung von Ringversuchen zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien festlegt. Im Unterschied dazu dienen die Normen DIN38402-A41 und DIN38402-A42 zur Gewinnung quantitativer Aussagen über die Zuverlässigkeit von Analyseverfahren.

Zielsetzung:

Die Teilnahme an Ringversuchen in verschiedenen Prüfbereichen bietet einem Prüflabor die Möglichkeit, seine Leistungsfähigkeit objektiv darzustellen. Ringversuche zur Qualitätskontrolle von Prüflaboratorien als externe Qualitätssicherungsmaßnahme dienen sowohl den Laboren 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 auf die notwendige Geheimhaltung aller Daten und Informationen hingewiesen werden.

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 wurden daher gemäß DIN38402-A45 mit der kommerziell erhältlichen Software ProLab (Hersteller: QuoData GmbH, Dresden) statistisch ausgewertet.

Eine Qualitätsbewertung von Laboratorien kann auf Grundlage normierter Abweichungen der jeweiligen Analysenergebnisse von einem konventionell richtigen Wert („Sollwert“, hier:

Mittelwert der Labormesswerte) erfolgen. Diese Abweichungen der Analyseergebnisse vom Sollwert werden in sogenannten Z-Scores ausgedrückt:

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

Bei Parametern, die grundsätzlich keine negativen (Mess-)Werte annehmen können, empfiehlt die DIN38402-A45, als Qualitätskriterium modifizierte Z-Scores, sogenannte Z_u -Scores heranzuziehen. Daher wurden im Rahmen dieser Ringversuchsauswertung Z_u -Scores berücksichtigt.

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

In den folgenden Graphiken zeigen alle blauen Balken die Z_u Scores, die innerhalb des Toleranzbereiches von +/- 2 liegen. Alle gelben Balken zeigen die Z_u Scores, die größer sind als +/-2 und kleiner als +/- 3 (der Wert ist angegeben). Der Übersichtlichkeit wegen sind alle Z_u Scores, die größer sind als +/- 3 (rote Balken) bei dem Wert von 3 abgeschnitten, wobei auch hier der genaue Wert angegeben wird.

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

Assigned Value ist der durch die in der DIN angegebene Methode ermittelte Mittelwert der Messwerte (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. Assigned s.d. ist die aus den Messwerten und dem Mittelwert errechnete relative Standardabweichung. Auch hier gilt die über die Ermittlung des Mittelwertes erläuterte Methodik.

Rel. Repeteability s.d. ist die Wiederhol-Standardabweichung.

Tolerance Limits 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.

VR ist die Vergleichs-Standardabweichung in Absolut-Werten.

Vr ist die Wiederhol-Standardabweichung in Absolut-Werten.

Zusammenfassung und Ausblick

Auch bei dieser Laborvergleichsstudie handelt es sich natürlich um eine Momentaufnahme; um zu weiteren Aussagen zu kommen, plant die Fachgruppe - motiviert auch aufgrund der erfreulich regen Teilnahme in 2005 - einen neuen Ringversuch in 2006 durchzuführen.

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

Nach unserem Eindruck gibt es auf dem Markt ein vergleichbares Angebot im Kosmetikbereich eher selten. Auch aus diesem Grund sind wir motiviert, weiterhin Ringversuche anzubieten.

Nach jetzt insgesamt 3 Ringversuchen kann die Fachgruppe als Zwischenbilanz feststellen, dass mancher, auf den ersten Blick, einfacher Parameter wie z.B. der pH-Wert durchaus seine Tücken hat und der Teilnehmer nicht in den Bereich der Z_u -Scores $< 2,0$ gelangt. Bemerkenswert ist auch, dass aufwendige Parameter, die nur über eine instrumentelle Analytik wie z.B. HPLC zu lösen sind, durchaus eine im Vergleich zu den physik-chemischen Messungen geringere Streuung der Messwerte ergeben.

Der Fachgruppe ist bei der Auswertung der Messwerte aufgefallen, dass ein essentieller Grund für das Nicht-Bestehen eines Parameters darin liegen kann, dass man sich einfach nicht an die Vorgaben (z.B. Messung bei 20°C) hält. Wir spekulieren natürlich darüber, was weitere mögliche Gründe für einen „Ausfall“ eines Parameters sein können. Da wir aber keine Detailinformationen zu den einzelnen Ergebnissen erhalten, ist die Beantwortung dieser Frage natürlich schwierig. Aus der Erfahrung der Fachgruppenmitglieder sei lediglich gesagt, dass als Grundvoraussetzung die zu verwendenden Messgeräte und „Verbrauchsmaterialien“ (Chemikalien, Pufferlösungen, Standards, etc.) in einwandfreiem Zustand sein müssen. Das beinhaltet mindestens die jährliche Wartung durch den Service des Geräteherstellers und die regelmäßige Überprüfung durch die Labormitarbeiter. Auch wenn keine Zertifizierung oder Akkreditierung besteht, ist das Mittel zum Zweck hier die Prüfmittelüberwachung.

Selbstkritik soll bei der Zusammenfassung auch nicht fehlen. Die Ergebnisse der Viskositätsbestimmung zeigen (bei allen kontrovers geführten Diskussionen innerhalb der Fachgruppe), dass die wenigen Vorgaben, die zur Durchführung gemacht wurden, nicht ausreichend für ein besseres Ergebnis waren. Unsere Erfahrung im Bereich der Viskositätsmessung zeigt aber auch, dass zwischen den rheologischen Eigenschaften und der Viskosität (als Zahlenwert) immer noch zu wenig unterschieden wird. Das kann z.B. daran liegen, dass geeignete rheologische Messgeräte fehlen oder dass zu wenig Know-how vorhanden ist. Die Fachgruppe möchte jedenfalls mit dieser Diskussion die Teilnehmer dazu anregen, nicht einfach dem z.B. durch Brookfield ermittelten Zahlenwert zu vertrauen, ohne vorher das Produkt rheologisch charakterisiert zu haben. Die berühmte Definition „ablesen nach 1 Minute“ kann hier zu chronisch schlecht reproduzierbaren Messwerten führen, falls das Produkt den stationären Fließzustand noch nicht erreicht hat und die Messwerte permanent fallen.

„Viskosität nach Höppler“, auch diese Methode, so einfach die Anwendung ist, führt ohne vorherige rheologische Charakterisierung zwangsläufig in die Irre. Abgesehen davon, dass es wenige kosmetische Produkte gibt, die ein wenigstens angenähert Newtonsches Fließverhalten zeigen, kommt als weiterer nicht zu unterschätzender Faktor hinzu, dass die Messwerte nicht ohne weiteres von einem Gerät auf ein anderes übertragen werden kön-

nen. Natürlich trifft das für Newtonsche Flüssigkeiten und regelmäßig gewartete und überprüfte Viskosimeter zu. Aber nach unseren Erfahrungen (und hier wollen wir niemand persönlich angreifen) gilt das für die kosmetische Industrie eher weniger.

Anzumerken ist, dass die in diesem Ringversuch vorgenommene differenzierte Auswertung nach den durch die Teilnehmer verwendeten Untersuchungsmethoden noch intensiviert werden muss, um festgestellte Streuungen besser erklären zu können.

Die Fachgruppe sieht sich hierbei natürlich als Ansprechpartner für die Teilnehmer des Ringversuchs, um beratend bei der Verbesserung der hauseigenen Analytik tätig zu sein. Insbesondere im Bereich der Rheologie bieten wir regelmäßig Schulungen an. Die nächste Veranstaltung findet am 26./27. Oktober 2006 im Auditorium der Beiersdorf AG, Hamburg unter dem Titel „**I. DGK User Meeting Rheologie kosmetischer Emulsionen**“ statt. Weitere Informationen finden Sie unter <http://www.dgk-ev.de>.

In einer Fragebogenaktion im Dezember 2005 hat die Fachgruppe die Anregungen und Wünsche der bisherigen Ringversuchsteilnehmer abgefragt. In unserer Sitzung danach und auch bei der nächsten Besprechung im März werden wir die Auswertung für das Konzept des nächsten Ringversuchs 2006 zugrunde legen.

Neben der Frage nach anderen Probenmatrices stand unsere Absicht zur Reflektion, die Teilnahme am Ringversuch statt mit einer neutralen Teilnahmebestätigung, mit einem wertenden Teilnahmezertifikat zu bestätigen. Hier hat uns die Majorität der Antworten gezeigt, dass das ein Ziel für die nächsten Ringversuche sein kann.

Für den DGK-Ringversuch 2005 wird natürlich kein Gesamtzertifikat „Ringversuch bestanden“ bzw. „Ringversuch nicht bestanden“ erstellt. Die Fachgruppe diskutiert gegenwärtig jedoch die Kriterien, nach denen ein Zertifikat für den nächsten Ringversuch in 2006 erteilt werden kann. Üblich ist z.B. ein 80 %-Kriterium (80 % der abgegebenen Ergebnisse eines Teilnehmers müssen „richtig“ sein). Jeder Teilnehmer ist angehalten, sein persönliches Ergebnis unter diesen Bedingungen zu errechnen und daraus geeignete Konsequenzen abzuleiten.

Die Einführung des Teilnahmezertifikats wird durch die DIN 38402-A45 an bestimmte, genau aufgeführte Kriterien gebunden. Die Fachgruppe prüft zur Zeit, ob diese Kriterien eingehalten werden können, wir sind aber aufgrund der Rückmeldungen sowohl aus dem Teilnehmerkreis, als auch durch Externe dazu ermutigt worden, gegebenenfalls diesen Weg einzuschlagen.

Sie als Teilnehmer werden auf jeden Fall mit der Einladung zur Teilnahme am Ringversuch 2006 über unseren zukünftigen Weg informiert.

Auswertung der Messwerte

Shampoo, Trockenrückstand				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Trockenrückstand	% m/m	28	22,446 %m/m	2,79%

Tabelle 1. Trockenrückstand, tabellarische Darstellung der Messwerte
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1	2	3*	4	5	6	8	10	11	12	13
Messwert (% m/m)	22,63	22,67	21,20	22,30	22,30	23,00	22,70	22,26	21,20	22,90	22,60
Labor Nr.	14	15	16*	17	18	19*	20	21*	22	23	24*
Messwert (% m/m)	22,93	22,82	19,89	23,15	21,61	21,06	22,41	20,25	22,25	22,45	20,23
Labor Nr.	25	26	27	28*	29	30					
Messwert (% m/m)	22,92	22,76	23,05	10,93	22,30	23,00					

Bild 1. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

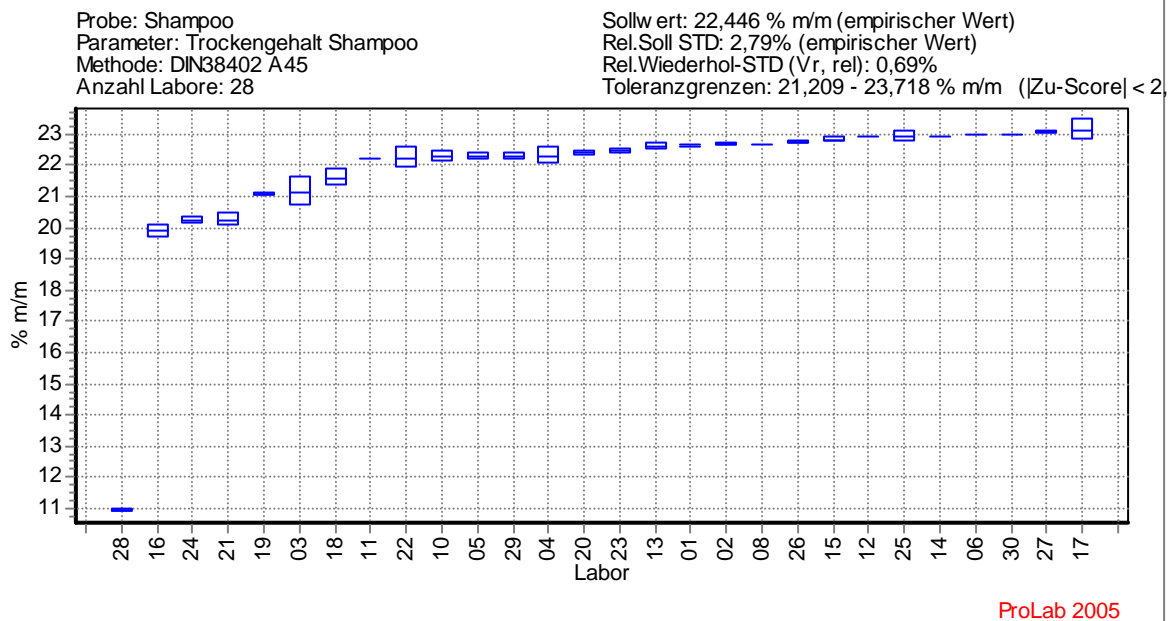
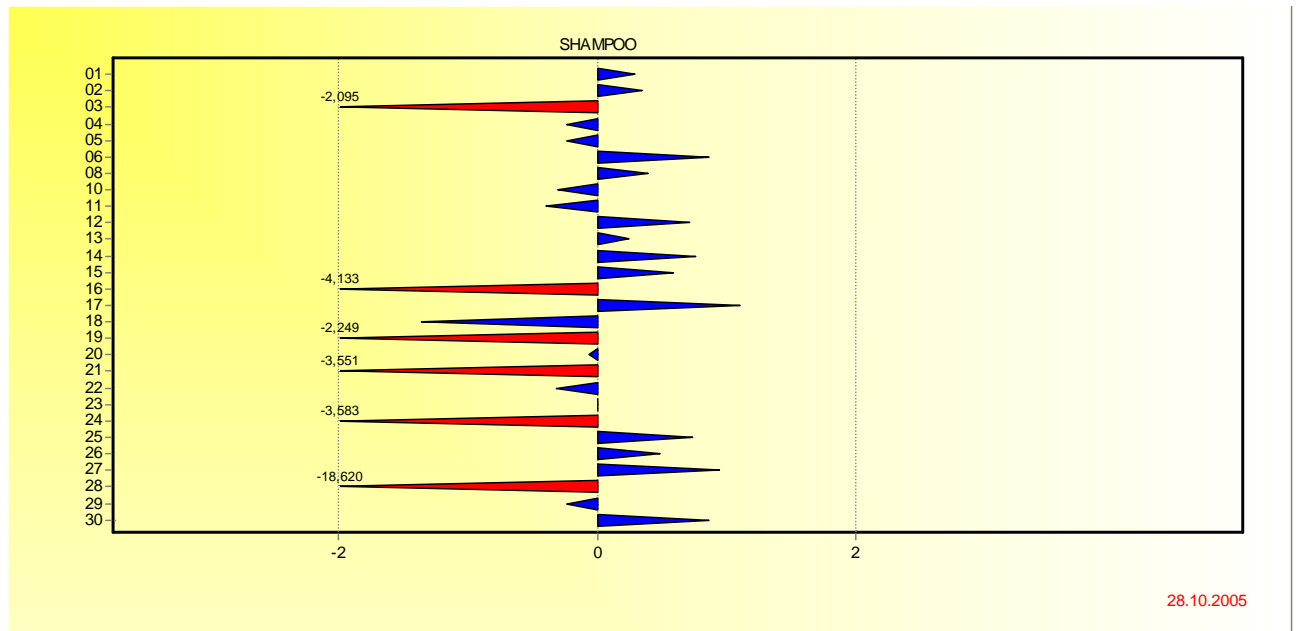


Bild 2. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Bestimmung des Trockenrückstands:

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 29 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 5,06 %. In diesem Jahr liegt die Standardabweichung niedriger (besser), und zwar bei 2,79 %.

Die verwendeten Methoden (soweit der Fachgruppe bekannt) reichen von Mikrowellen-Trocknern bis hin zu den klassischen Trockenschränken, wobei die Trocknungszeit bis zur Gewichtskonstanz von einigen Minuten bis zu mehreren Stunden, teilweise bis zu halben Tagen reicht.

Bedingt durch die Probenmatrix können schwer verdampfbare Rohstoffe entweder gar nicht, teilweise oder vollständig verdampft werden. Die hier aufgeführten Laborbefunde, die den richtigen Wert nicht erreicht haben, sind ausnahmslos Minderbefunde, was darauf schließen lässt, dass hier die schwer flüchtigen Anteile mitverdampft wurden.

Die Bewertung, ob das richtig oder falsch ist, bzw. welche Methode letztendlich richtig ist, ist nicht Aufgabe des Ringversuchs.

Shampoo, pH-Wert				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
pH-Wert	20°C	27	5,148	1,41%

Tabelle 2. pH-Wert, tabellarische Darstellung der Messwerte
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1	2	3	5	6*	8	10	11	12*	13	14
Messwert	5,12	5,14	5,19	5,20	7,20	5,18	5,10	5,10	5,00	5,10	5,16
Labor Nr.	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25*
Messwert	5,08	5,15	5,10	5,09	5,21	5,15	5,19	5,17	5,22	5,14	4,76
Labor Nr.	26	27	28	29	30						
Messwert	5,20	5,18	5,18	5,20	5,20						

Bild 3. pH-Wert, Graphische Darstellung der Messwerte

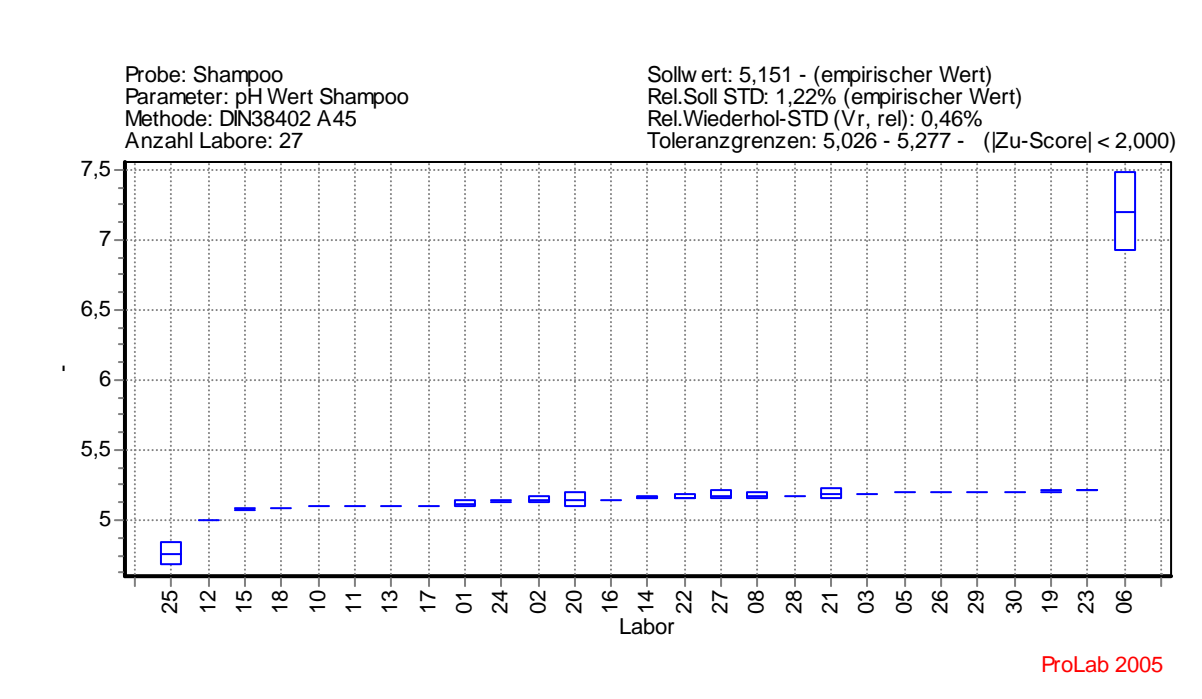
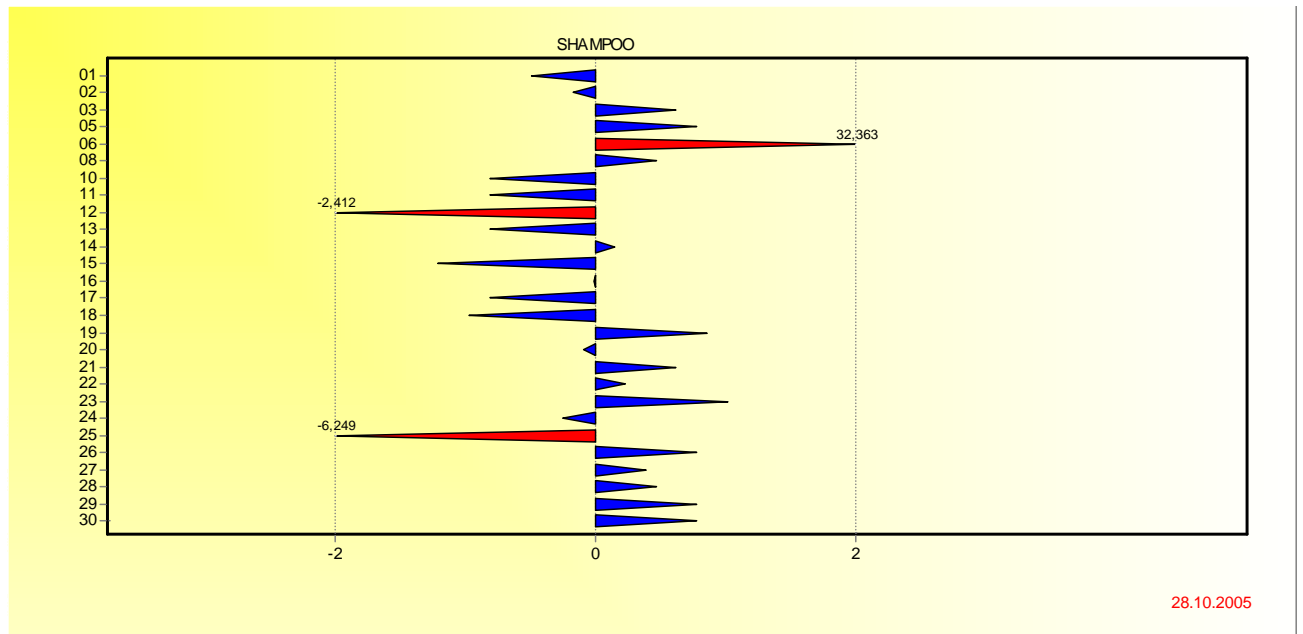


Bild 4. pH-Wert, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur pH-Wert-Bestimmung:

Den Parameter pH-Wert bestimmten 30 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 0,99 % und lag damit niedriger (besser) als die diesjährige Vergleichsstandardabweichung von 1,41 %:

Zu den Methoden, die zur pH-Wert Bestimmung eingesetzt werden können, zählte hier zur Überraschung der Fachgruppe auch die Messung aus einer 1%igen Lösung der Probe in Wasser (wobei die Angabe der Art des Lösungsmittels (Stadtwasser, enthärtet, vollentsalzt, etc.) nicht bekannt ist, aber bei dieser Verdünnung eine nicht unbedeutende Rolle spielt). Hier führte die Verwendung dieser Methode jedenfalls zu einem deutlich abweichenden Ergebnis.

Neben der Frage, ob die Messung direkt aus der Matrix, oder aus einer Verdünnung heraus erfolgt, sollte man voraussetzen, dass die Pufferlösungen frisch sind, die Elektrode kalibriert ist und das Messsystem regelmäßig gewartet wird. Die Auswahl der Elektrode selbst ist dabei wichtiger für ein stabiles und reproduzierbares Messergebnis, als die Auswahl der elektronischen Bauteile.

Shampoo, Viskosität				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standardabweichung
Dynamische Viskosität	20°C, Brookfield Typ RVT, Spindel 3, 10 rpm, mPa*s	19	7948 mPa*s	32,55%

Tabelle 3. Messwerte Viskosität, Methode nach Brookfield
 (Werte mit Z_v-Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1	2	6	8	10	12*	13	15	17	18
Messwert (mPa*s)	10723	9900	6750	9155	9000	2093	9460	5310	6125	10010
Labor Nr.	20	21	22	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa*s)	4543	10440	11360	4890	7920	4510	10600	6576	9675	

Bild 5. Viskosität, Methode nach Brookfield, Graphische Darstellung der Messwerte

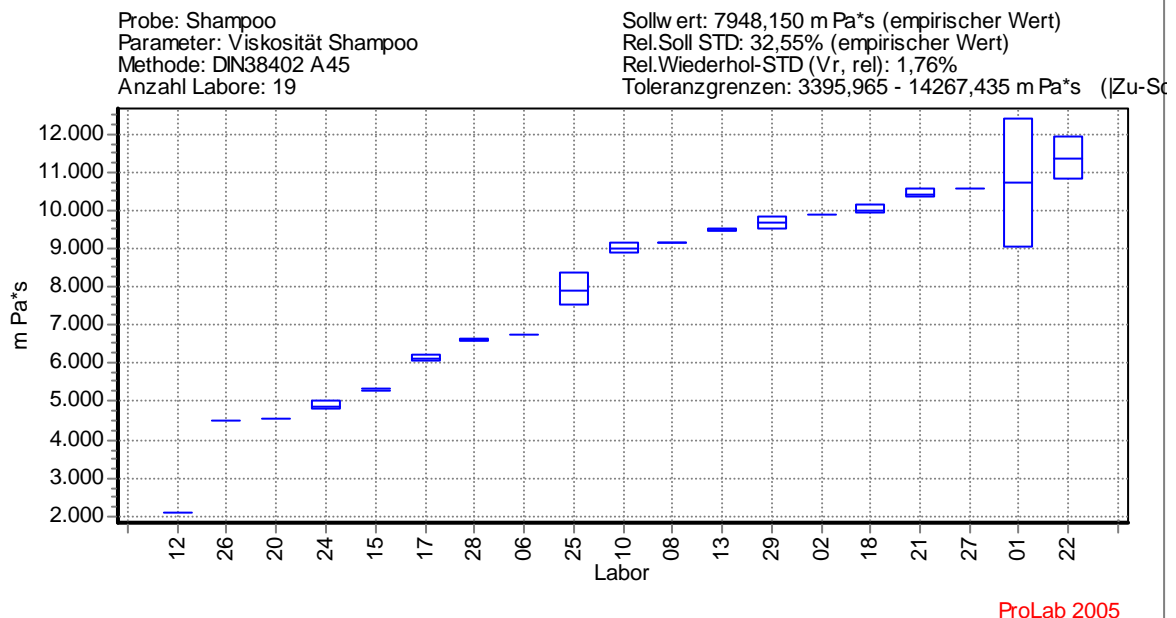
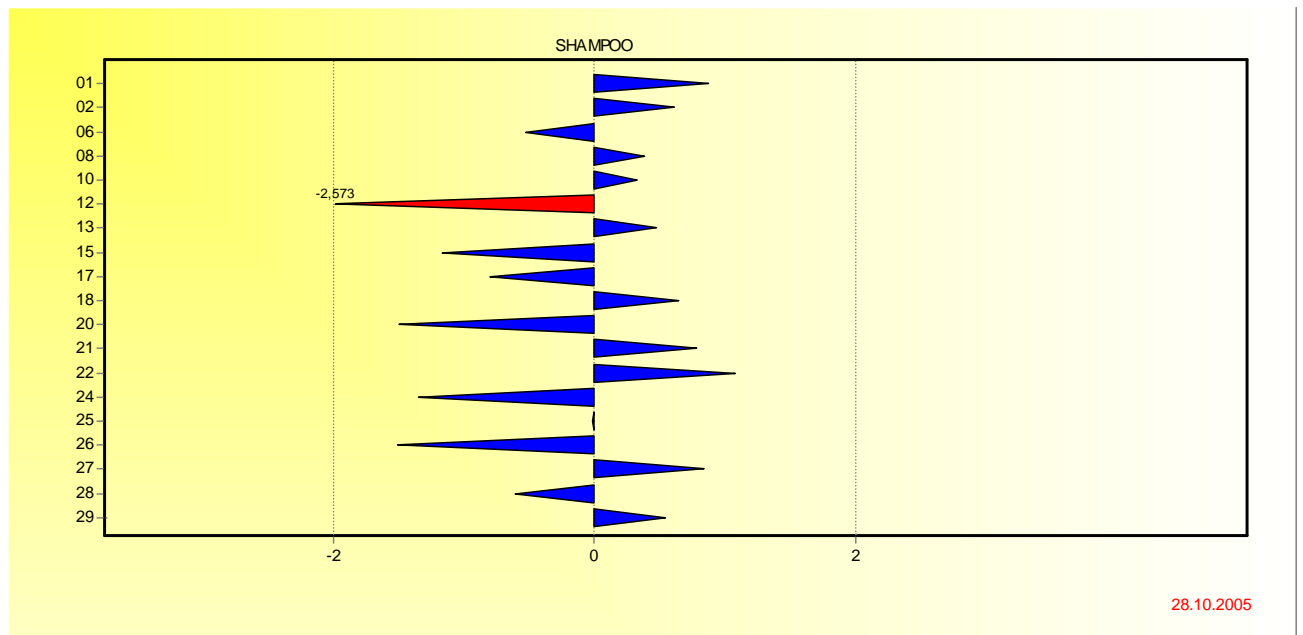


Bild 6. Viskosität, Methode nach Brookfield, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung (Brookfield):

Den Parameter Viskosität (Methode nach Brookfield) bestimmten in 2004 ebenfalls 19 Labore, die Vergleichs-Standardabweichung betrug 9,80 % und lag somit deutlich besser als in 2005 (32,55 %).

Die Viskositätsbestimmung wird auch in der Fachgruppe hinsichtlich der verwendeten Methode durchaus kontrovers diskutiert. Allerdings ist die Bestimmung der dynamischen Viskosität nach Brookfield mit Angabe von Temperatur, Spindel, Umdrehungszahl und Gerätetyp so eindeutig, dass die große Streuung des Ergebnisses doch sehr überrascht.

Die in diesem Versuch ermittelten Toleranzgrenzen liegen so weit auseinander, dass sie in der Praxis sicherlich nicht zu verwenden sind. Umso kritischer ist das Outsourcen von Viskositätsbestimmungen, bzw. die Messungen an unterschiedlichen Stellen im eigenen Unternehmen zu sehen.

Die Ursachen für die große Streuung der Messwerte haben im wesentlichen zwei Quellen: Einerseits waren die Vorgaben des Ringversuchsausrichters mit Spindel 3 und 10 rpm nicht optimal, da mit dieser Kombination ein maximaler Wert von 10.000 mPa*s gemessen werden kann (Messwert an der Grenze des Messbereichs). Unter Verwendung von Spindel 4 bei sonst gleichen Bedingungen liegt man wieder in einem günstigeren Messbereich. Weiter kann man darüber diskutieren, ob das Produkt hinsichtlich seiner Fließeigenschaften ausreichend dokumentiert wurde, um das Ablesen des Messwertes nach einer bestimmten Zeit, die im übrigen nicht vorgegeben war, zu rechtfertigen.

Auf der anderen Seite ist das Einhalten von Rahmenbedingungen die Voraussetzung zu einer erfolgreichen Teilnahme am Ringversuch. Aufgrund der Angaben der Teilnehmer ist

zu schließen, dass die Verwendung anderer Geräte oder die Messung ohne Temperierung zu gänzlich abweichenden Messwerten führt.

Insgesamt hat sich die Fachgruppe entschlossen, den Parameter trotz aller Unstimmigkeiten in die Wertung aufzunehmen, da unter den Bedingungen nur ein einziger Teilnehmer ein Ergebnis außerhalb der Toleranzgrenzen abgegeben hat.

Für kommende Ringversuche wird der Parameter Viskosität sicherlich wieder auf der Anforderungsliste stehen. Für weitergehende Rheologische Grundlagen möchten wir auf den von der Fachgruppe organisierten Workshop „I. DGK User Meeting Rheologie kosmetischer Emulsionen“ am 26./27. Oktober 2006 in Hamburg verweisen. Nähere Informationen finden Sie unter www.dgk-ev.de.

Shampoo, anionische Tenside				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Summe anionischer Tenside	Ber. als Natrium Laureth Sulfate (Molmasse 385 g/mol, % m/m)	17	19,229 %m/m	2,01%

Tabelle 4. Messwerte anionische Tenside, berechnet als Natrium-Laurylethersulfat (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1*	3	4	6	8	10	11	13	15	18
Messwert (% m/m)	22,07	19,30	19,1	19,05	19,40	19,40	19,00	18,85	18,90	19,56
Labor Nr.	19	21*	23	26	27	29	30	35		
Messwert (% m/m)	19,18	20,08	19,3	19,21	19,15	19,00	19,45	10,75		

Bild 7. Natrium-Laurylethersulfat, Graphische Darstellung der Messwerte

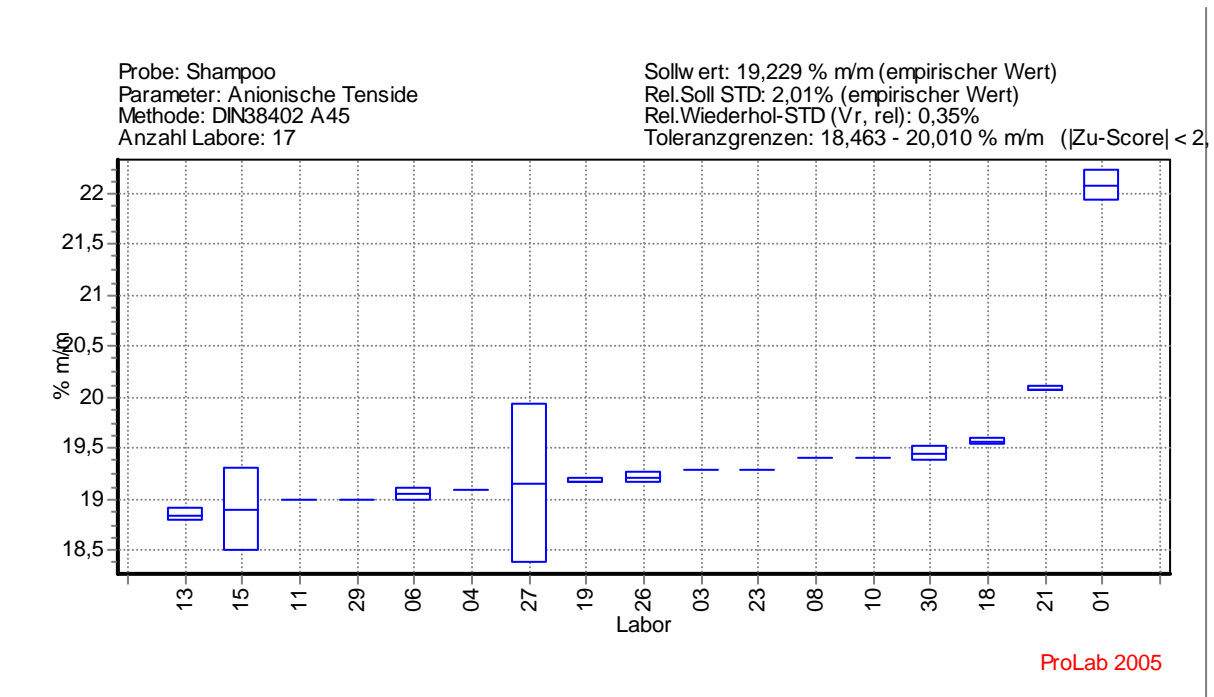
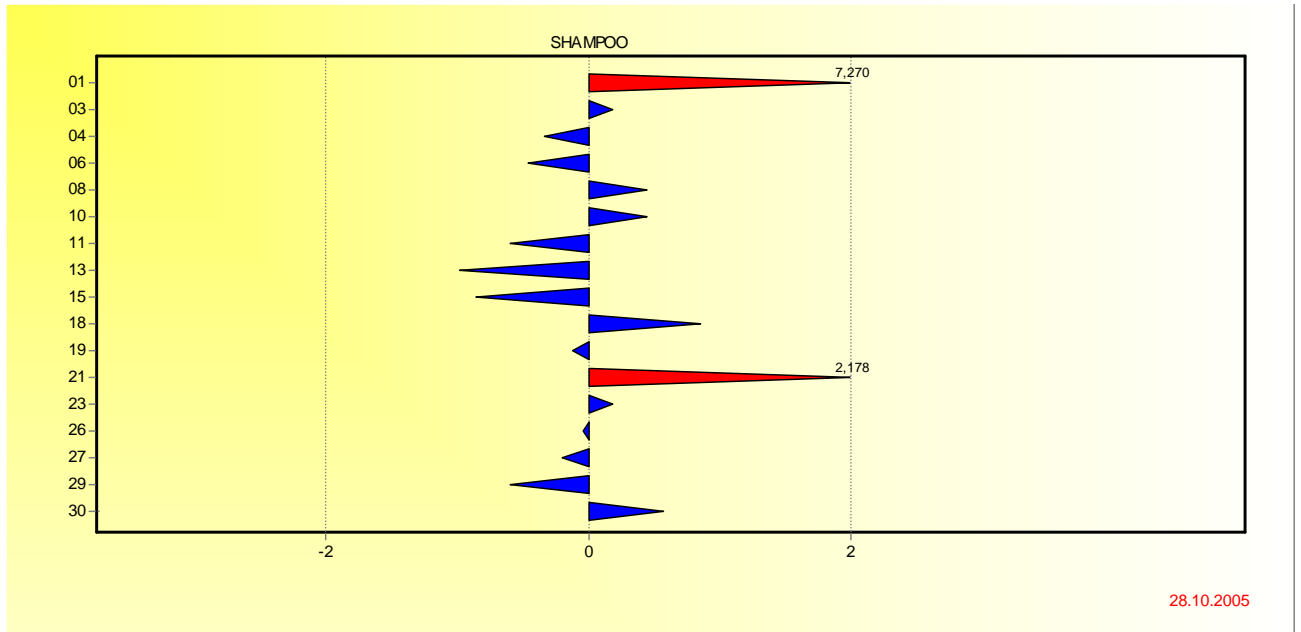


Bild 8. Natrium-Laurylethersulfat, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Natrium-Laurylethersulfat-Bestimmung:

Den Parameter anionische Tenside, berechnet als Natrium-Laurylethersulfat bestimmten in 2004 ebenfalls 17 Labore, die Vergleichsstandardabweichung betrug 8,67 % und lag somit schlechter (höher) als in 2005 (2,01 %).

Das bessere Ergebnis im Vergleich zu 2004 ist sicherlich darauf zurückzuführen, dass die Probe keine amphoteren Tenside enthalten hat. Der Einsatz verschiedener Methoden (2-Phasen Titrationsen, potentiometrische Titrationsen) hatte hier zu keiner erkennbaren Messwertstreuung geführt.

Sonnenschutzprodukt, Trockenrückstand				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Trockenrückstand	% m/m	28	36,339 %m/m	8,43%

Tabelle 5. Messwerte Trockenrückstand
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1	2*	3	4	5	6	8	10	11	12	13
Messwert (% m/m)	38,49	15,49	33,50	36,15	36,65	37,05	33,35	34,95	36,80	39,85	36,15
Labor Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21*	22	23	24
Messwert (% m/m)	38,07	35,00	35,72	31,90	37,06	34,15	36,18	63,2	37,85	33,50	35,28
Labor Nr.	25	26	27	28*	29	30					
Messwert (% m/m)	39,17	37,23	39,35	13,76	34,55	40,55					

Bild 9. Trockenrückstand, Graphische Darstellung der Messwerte

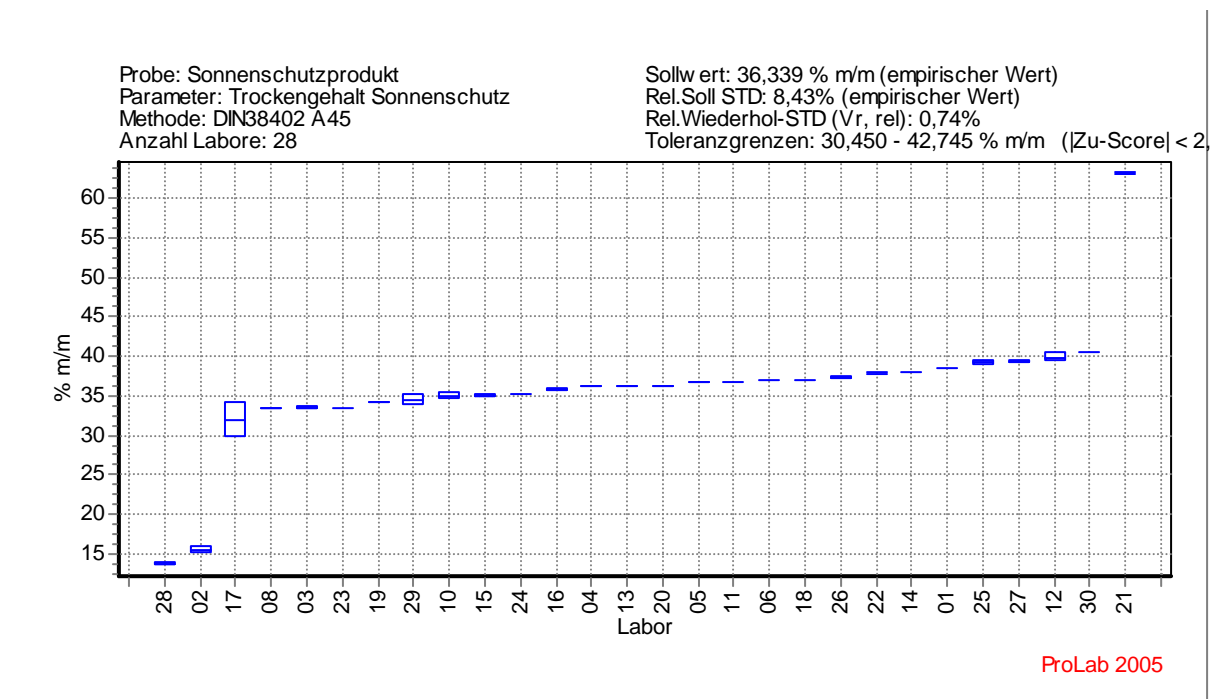
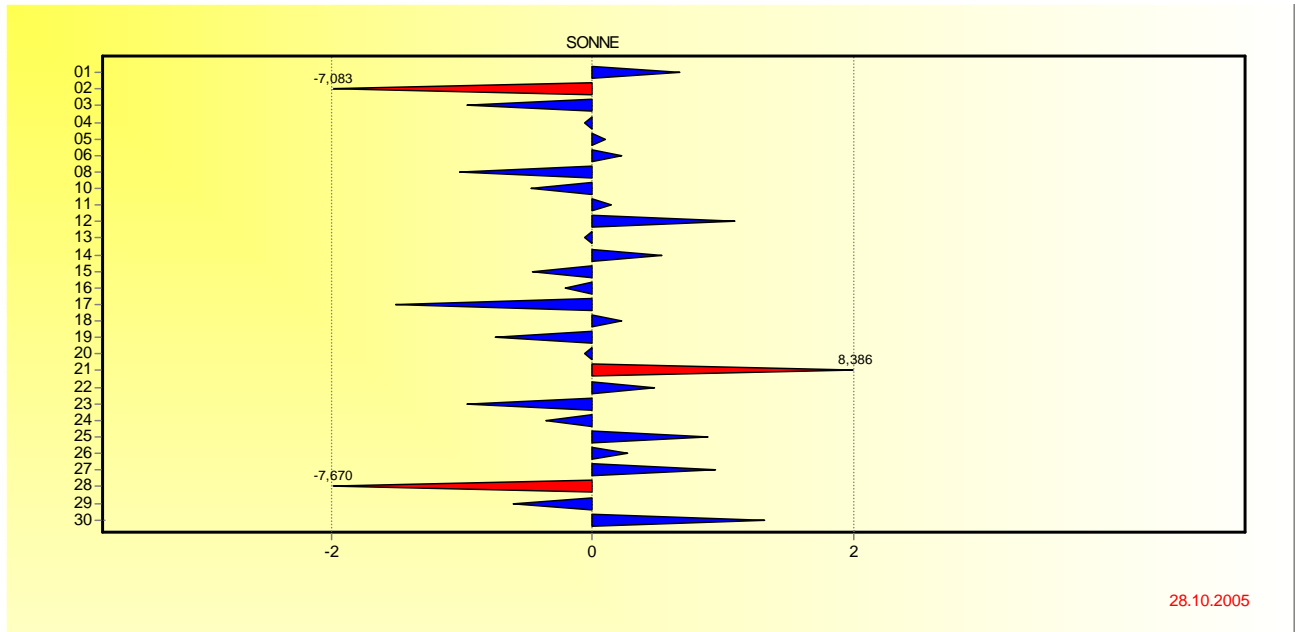


Bild 10. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Bestimmung des Trockenrückstands:

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 2005 in der Matrix Shampoo ebenfalls 28 Labore, die Vergleichsstandardabweichung betrug 2,79 % und liegt somit niedriger als die mit der Matrix Sonnenschutzprodukt festgestellte Vergleichsstandardabweichung von 8,43 %.

Im Vergleich zur Shampooprobe hat sich die Zahl der Ausfälle halbiert: Nur 3 Teilnehmer haben ein Ergebnis mit Z_u Scores außerhalb von 2,0 abgegeben, wobei ein Messwert deutlich zu hoch war.

Weitere Anmerkungen siehe unter Trockengehalt Shampoo.

Sonnenschutzprodukt, pH-Wert				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
pH-Wert	20°C	27	6,944	1,50%

Tabelle 6. Messwerte pH-Wert
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1	2	3	5	6*	8	10	11	12	13	14
Messwert	6,85	6,96	6,96	7,00	7,85	6,99	6,90	6,80	6,85	6,90	6,90
Labor Nr.	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25*
Messwert	6,88	6,91	7,10	6,86	7,01	6,92	7,04	6,95	7,02	7,00	7,81
Labor Nr.	26	27	28	29	30						
Messwert	7,00	7,06	6,95	6,95	6,80						

Bild 11. pH-Wert, Graphische Darstellung der Messwerte

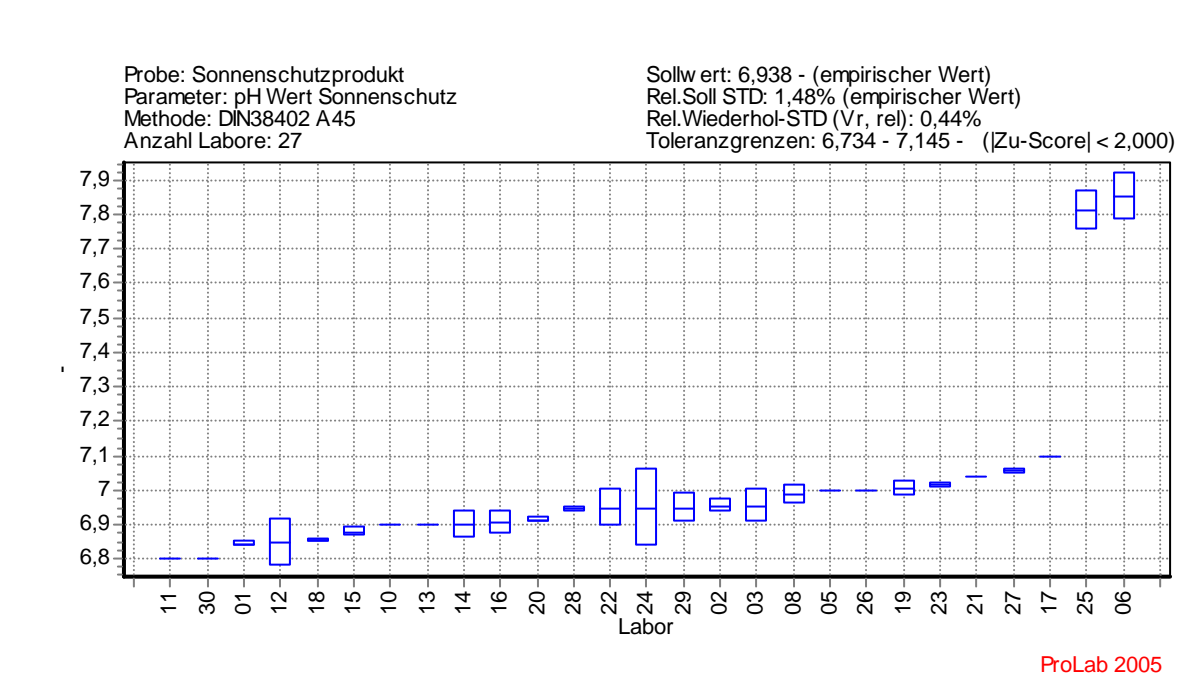
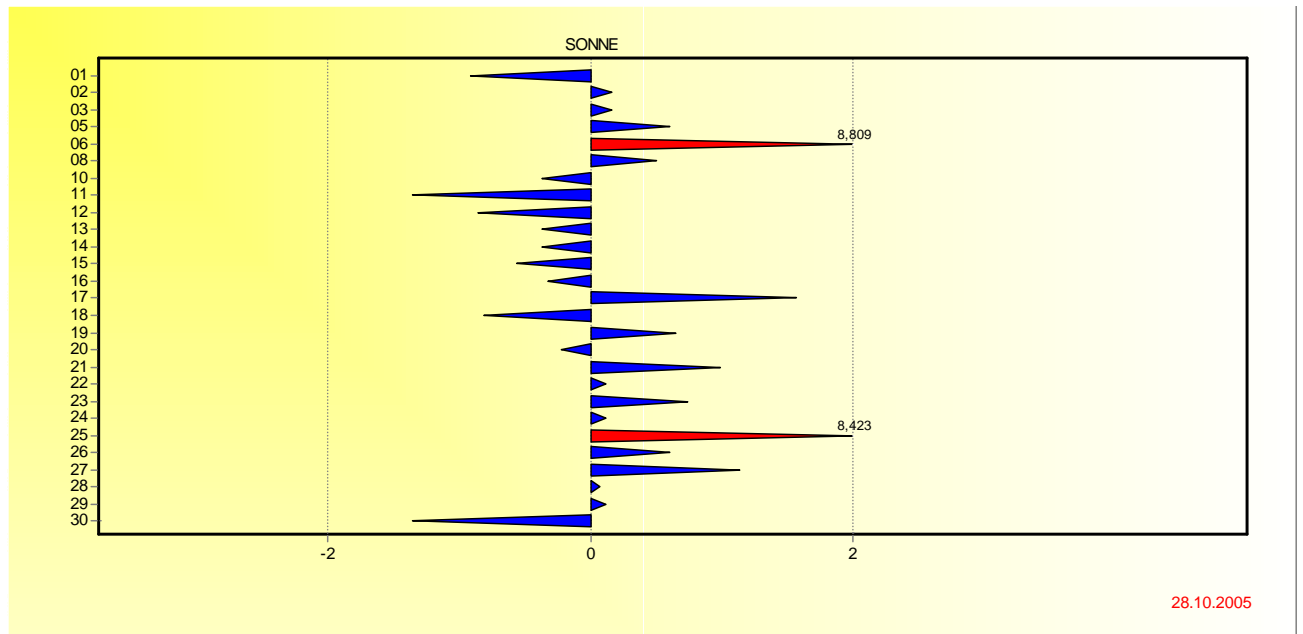


Bild 12. pH-Wert, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur pH-Wert-Bestimmung:

Die Vergleichsstandardabweichung von 1,50 % liegt in der gleichen Größenordnung wie die beim diesjährigen Ringversuch „Shampoo“ für den pH-Wert ermittelte Vergleichsstandardabweichung (1,41 %).

Bei der pH-Wert Bestimmung des Sonnenschutzproduktes gilt das, was wir bei der Shampoo-Probe bereits aufgeführt hatten. Die Bestimmungen aus der 1%igen Lösung heraus lagen deutlich höher als die, die direkt aus dem Produkt vorgenommen wurden.

Sonnenschutzprodukt, Viskosität				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Dynamische Viskosität	20°C, Brookfield Typ RVT, Spindel 3, 10 rpm, mPa*s	17	8754	29,84%

Tabelle 7. Messwerte Viskosität, Methode nach Brookfield
 (Werte mit Z_U -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	1*	2	6*	8	10*	12*	13	15	16	18
Messwert (mPa*s)	24878	9385	768000	9155	19350	608	9880	9580	9585	10290
Labor Nr.	20	21	22	24*	26*	27	28	29		
Messwert (mPa*s)	9408	10800	11680	1720	2865	10700	9900	5375		

Bild 13. Viskosität, Methode nach Brookfield, Graphische Darstellung der Messwerte

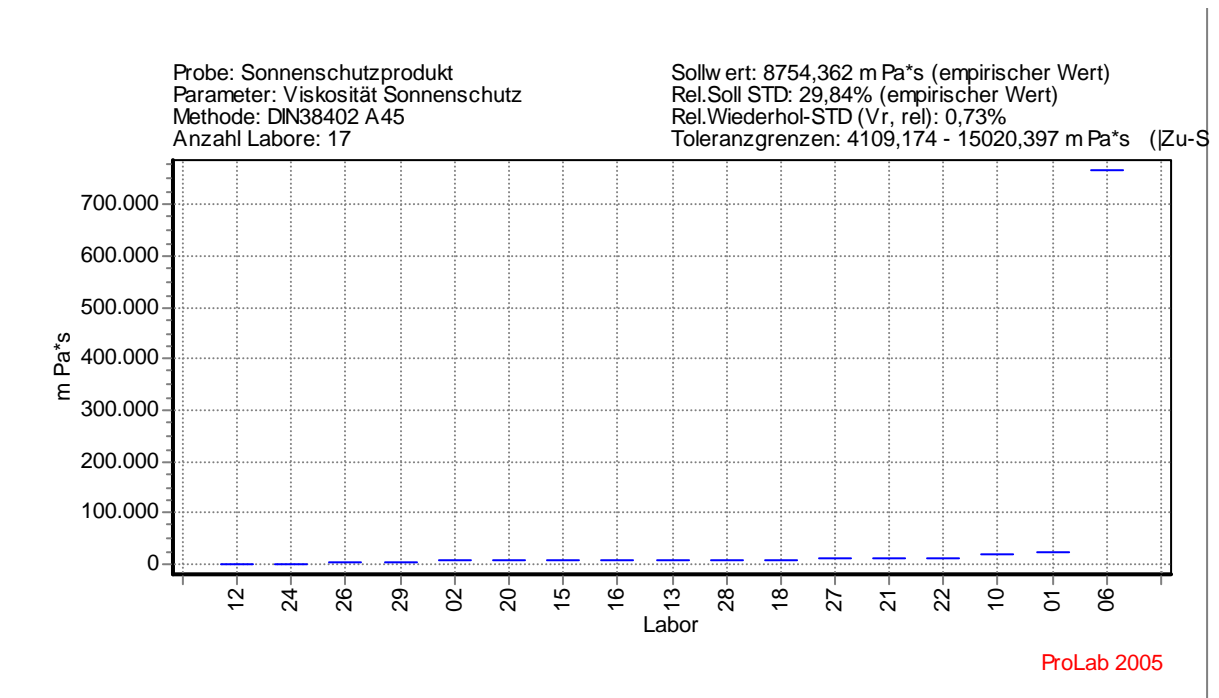
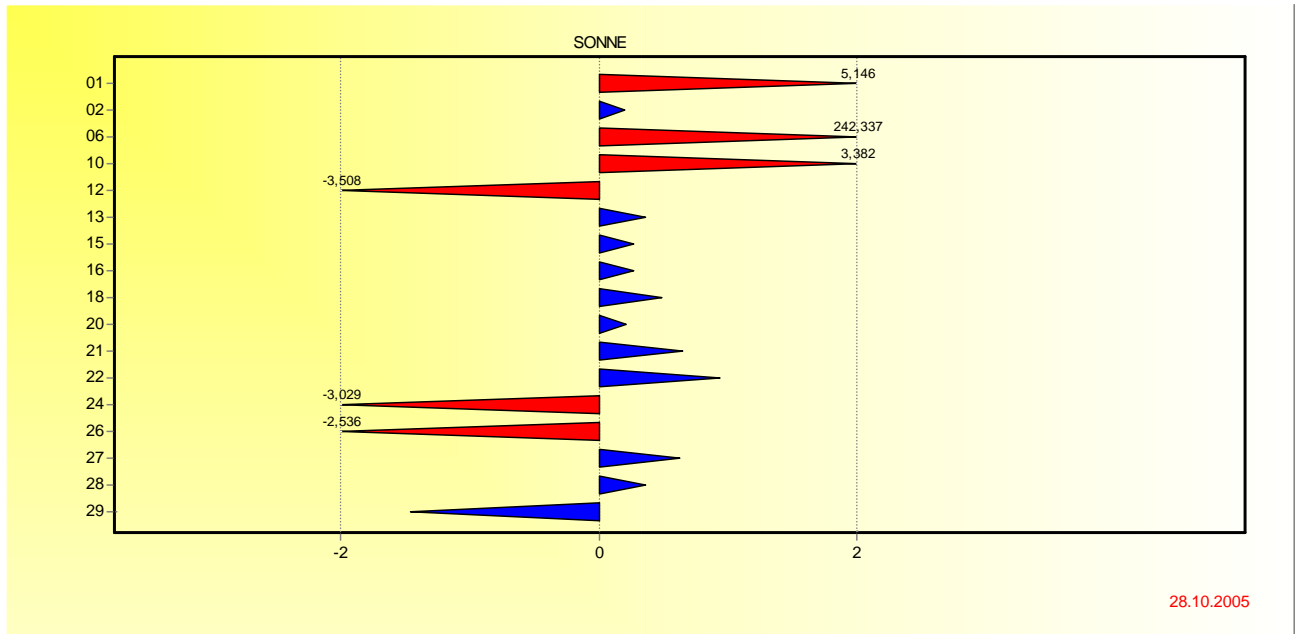


Bild 14. Viskosität, Methode nach Brookfield, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung (Brookfield): Den Parameter Viskosität (Methode nach Brookfield) bestimmten in 2004 ebenfalls 19 Labore, die Vergleichs-Standardabweichung betrug 9,80 % und lag somit deutlich besser als in 2005 (32,55 %).

Alle weiteren Kommentare siehe unter Shampoo, Viskosität.

Sonnenschutzprodukt, Ethylhexymethoxycinnamate				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Ethylhexymethoxycinnamate	% m/m	10	5,968% m/m	5,39%

Tabelle 8. Messwerte 2-Ethylhexylmethoxycinnamate
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	8	10	11*	15	19	23	28
Messwert (% m/m)	5,83	6,01	6,43	6,05	5,66	7,10	5,62	5,97	5,85	6,00

Bild 15. 2-Ethylhexylmethoxycinnamate, Graphische Darstellung der Messwerte

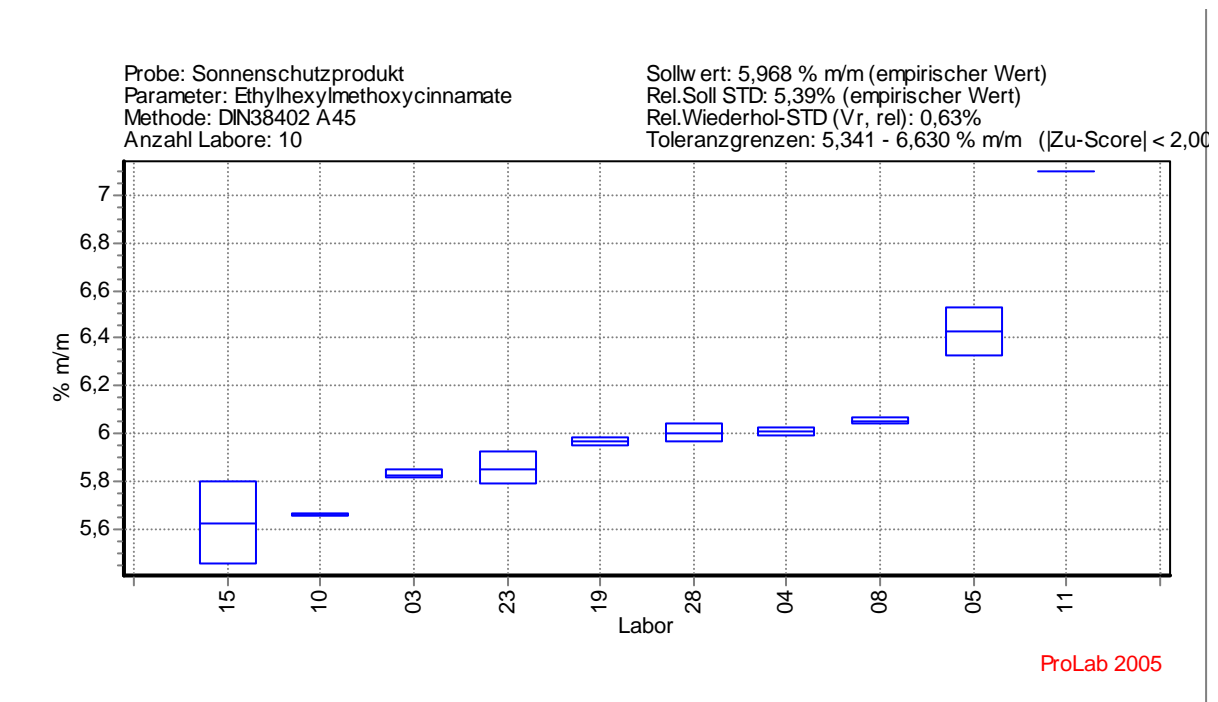
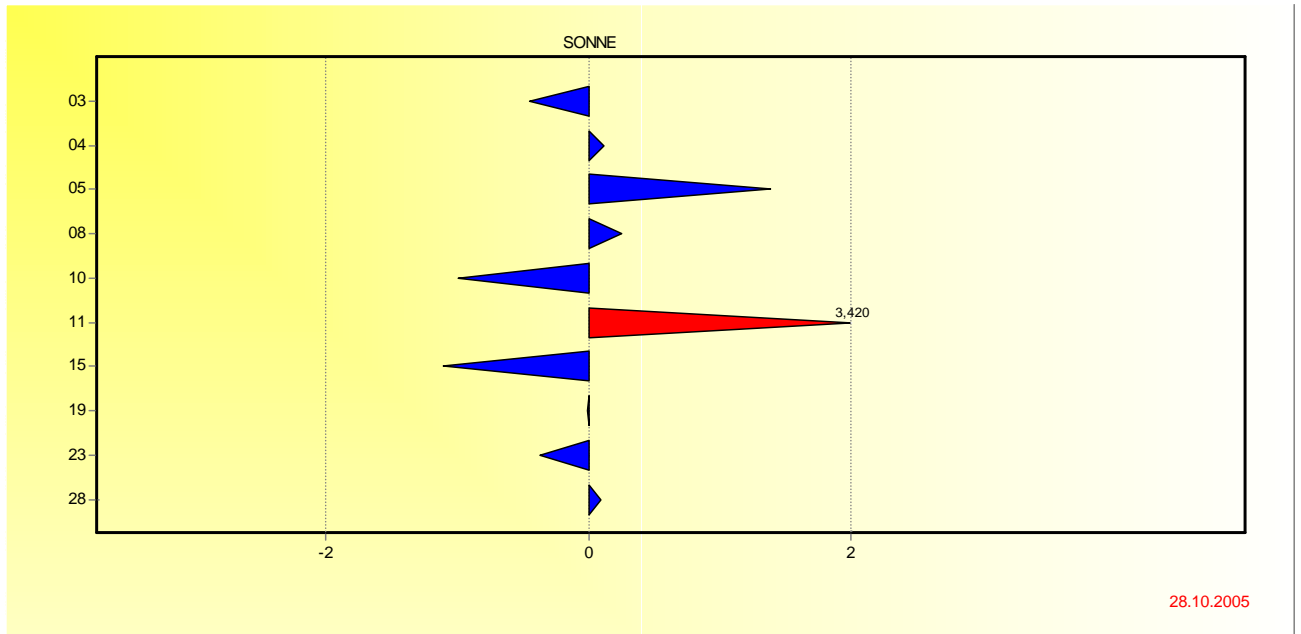


Bild 16. 2-Ethylhexylmethoxycinnamate, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur 2-Ethylhexylmethoxycinnamate-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Lichtschutzfilter.

Sonnenschutzprodukt, Butylmethoxydibenzoylmethane				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Butylmethoxydi-benzoylmethane	% m/m	9	4,958% m/m	7,55%

Tabelle 9. Messwerte Butylmethoxydibenzoylmethane
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	8	10	11	15	19	23	
Messwert (% m/m)	4,83	5,14	5,48	5,29	4,49	4,90	4,69	4,96	4,85	

Bild 17. Butylmethoxydibenzoylmethane, Graphische Darstellung der Messwerte

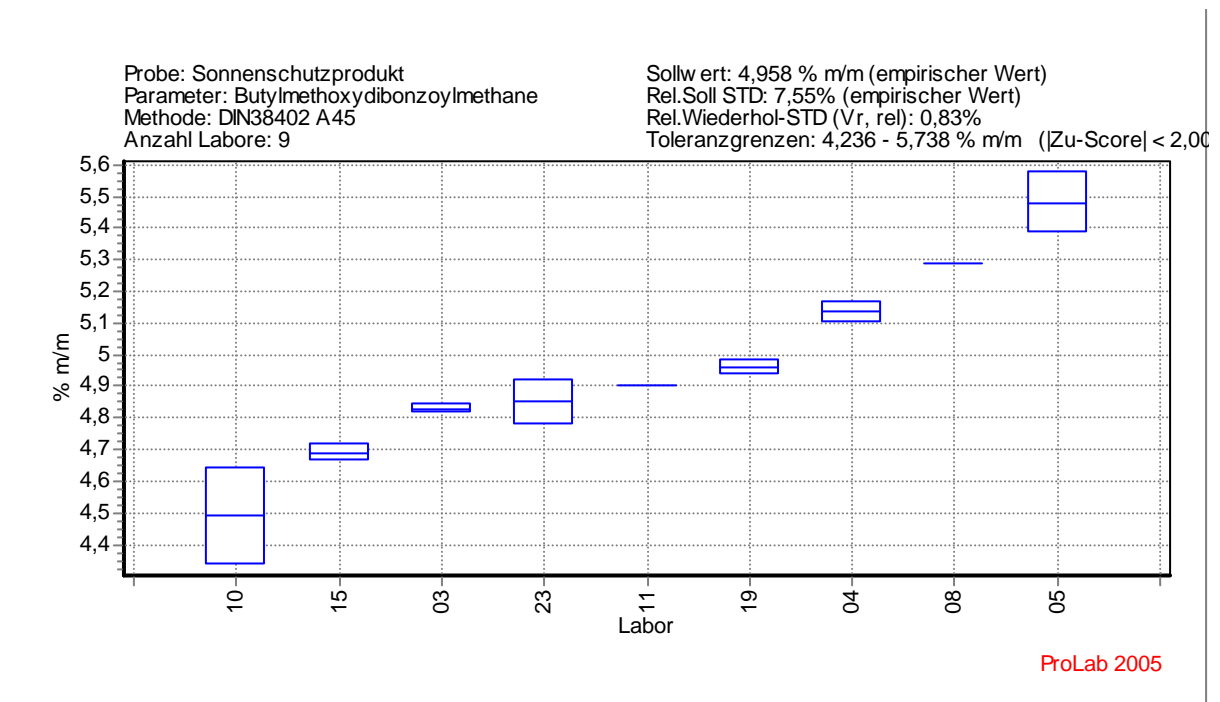
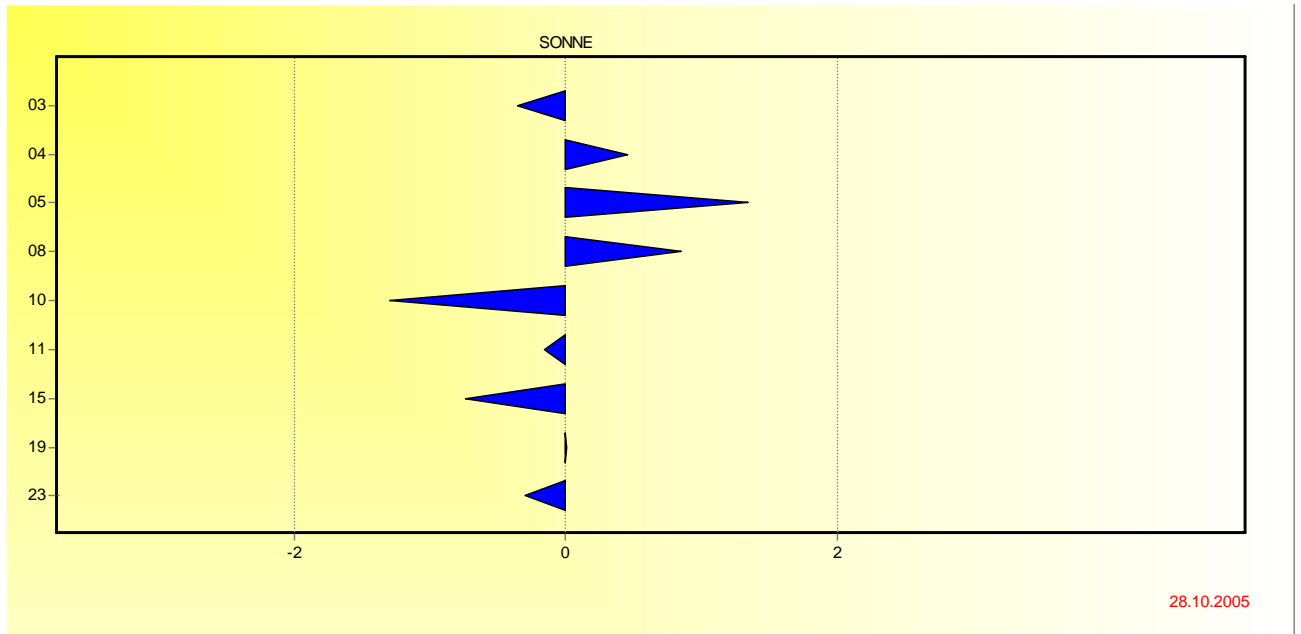


Bild 18. Butylmethoxydibenzoylmethane, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur Butylmethoxydibenzoylmethane-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Lichtschutzfilter.

Sonnenschutzprodukt, 4-Methylbenzylidene Camphor				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
4-Methylbenzylidene Camphor	% m/m	8	4,002% m/m	3,24%

Tabelle 10. Messwerte 4-Methylbenzylidene Camphor
 (Werte mit Z_u-Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	8	10	11*	19	23		
Messwert (% m/m)	3,94	4,11	4,00	4,01	4,05	4,5	3,97	3,85		

Bild 19. 4-Methylbenzylidene Camphor, Graphische Darstellung der Messwerte

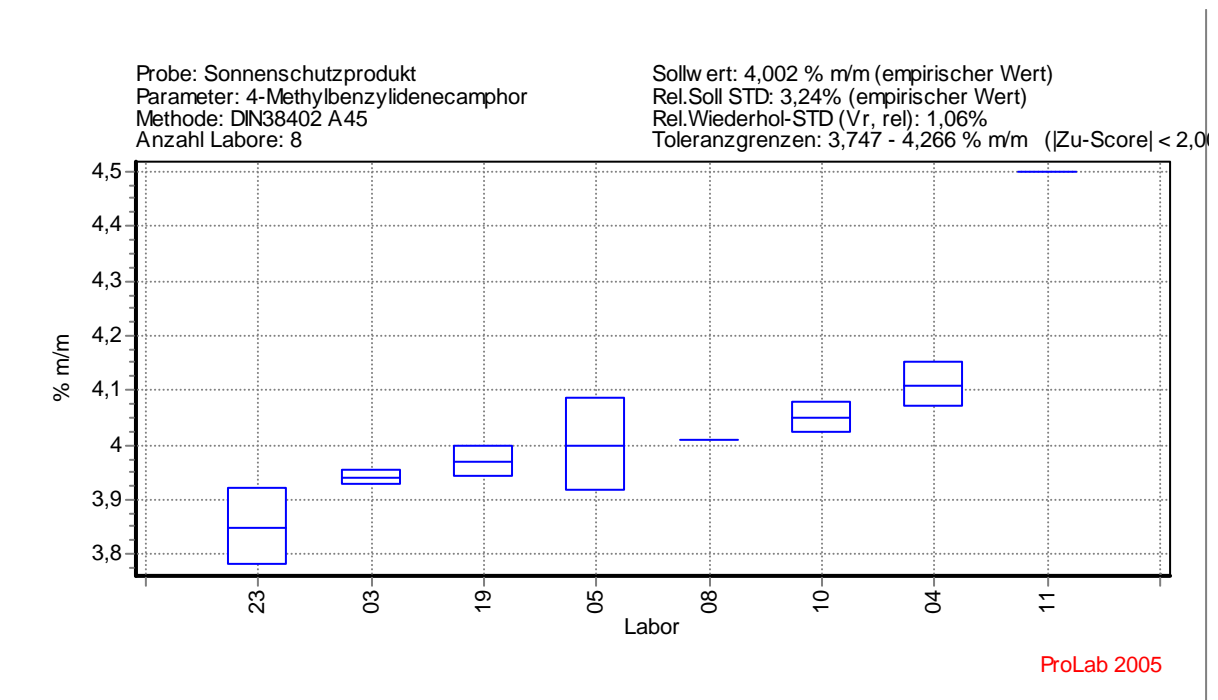
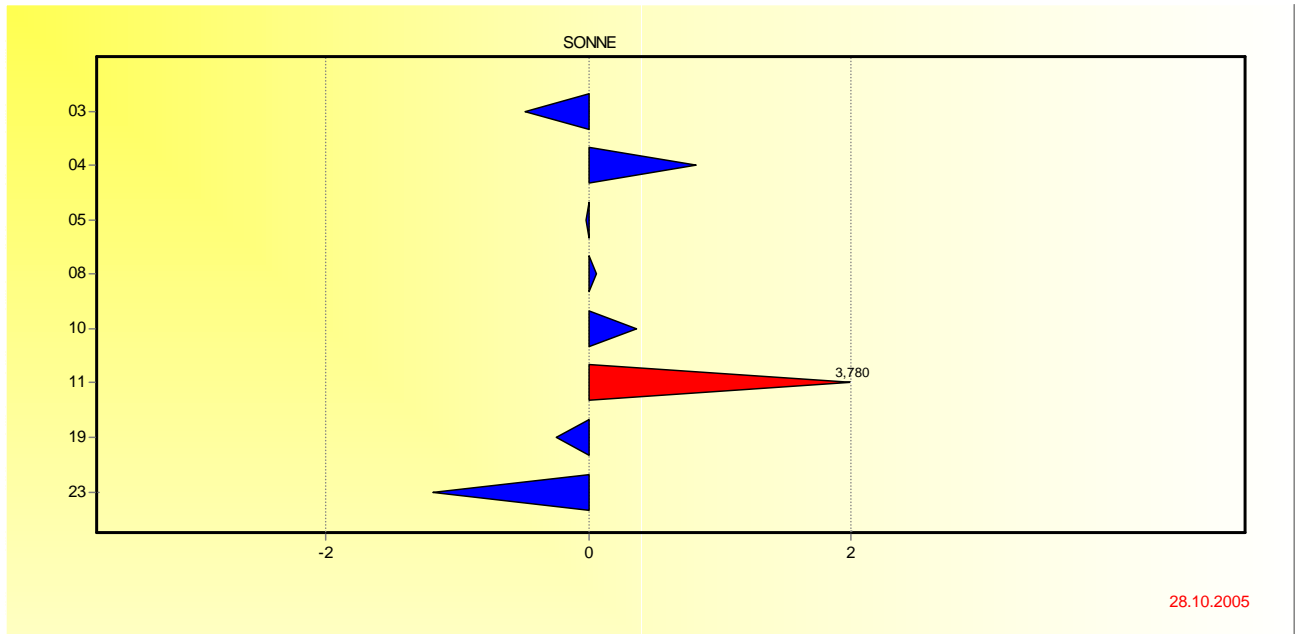


Bild 20. 4-Methylbenzylidene Camphor, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur 4-Methylbenzylidene Camphor-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Lichtschutzfilter.

Sonnenschutzprodukt, Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid	% m/m	8	4,045% m/m	5,83%

Tabelle 11. Messwerte Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5*	8	10	11	19	23		
Messwert (% m/m)	3,97	4,11	3,57	4,00	4,29	4,5	4,01	3,90		

Bild 21. Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid, Graphische Darstellung der Messwerte

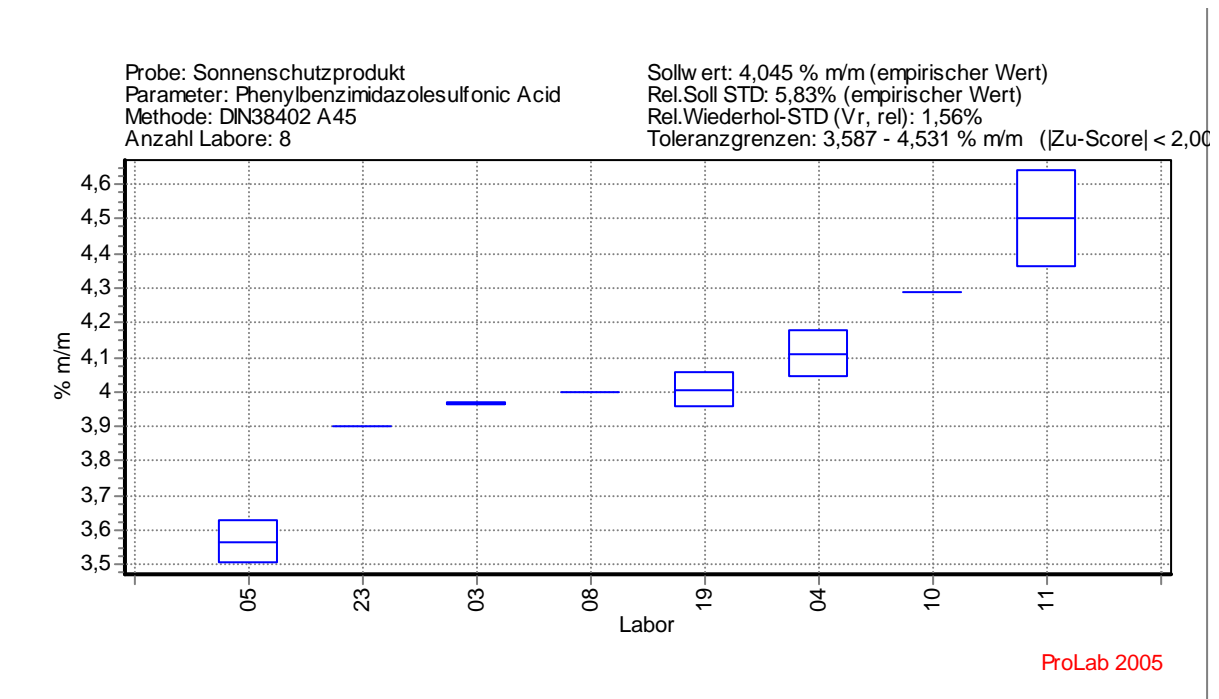
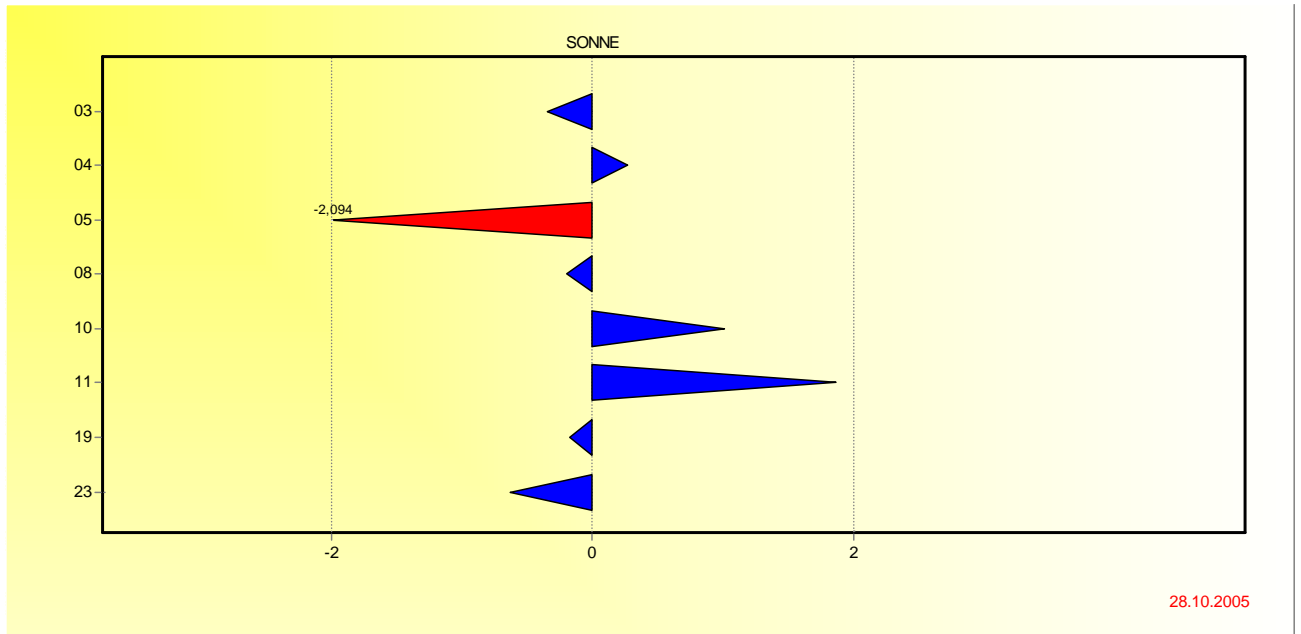


Bild 22. Phenylbenzimidazole Sulfonic Acid, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkungen der Fachgruppe zu der Bestimmung der Lichtschutzfilter:

Wie das Rohstoff-Muster war auch die Bestimmung der Lichtschutzfilter eine Premiere. Die Stabilität dieser Rohstoffe wird zumindest im Rahmen der Produktstabilitätstests bei R&D oder im Analytik Labor regelmäßig untersucht. Da die Analytik hier eine direkte Auswirkung auf die Produktperformance und sogar auf ausgelobte Eigenschaften besitzt, ist die richtige und reproduzierbare Bestimmung der Lichtschutzfilter sehr wichtig.

Alle Bestimmungen wurden (soweit in den Bemerkungen notiert) mit HPLC durchgeführt. Die gefundenen Standardabweichungen und Mittelwerte entsprechen den Erwartungen an eine instrumentelle Analytik. Die nach DIN 38402-A45 errechneten Mittelwerte stimmen mit den Rezepturwerten überein.

Im Vergleich zu den instrumentellen Bestimmungen früherer Ringversuche hat sich bestätigt, dass es hier im Vergleich zu den „einfachen“ physiko-chemischen Messung wie z.B. Trockengehalt oder Viskosität keine gravierenden Messwert-Streuungen gibt. So ist das Ergebnis zumindest für den Lieferanten der Sonnenschutzprobe als sehr robuste Überprüfung der Stabilität „seiner“ Lichtschutzfilter in dieser Rezeptur zu bewerten.

Insgesamt wurden die Lichtschutzfilter mit einem sehr guten Gesamtergebnis bestimmt.

Sonnenschutzprodukt, 2-Phenoxyethanol				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
2-Phenoxyethanol	% m/m	13	0,885% m/m	2,53%

Tabelle 12. Messwerte 2-Phenoxyethanol
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	6*	8	10*	11	14*	15	19
Messwert (% m/m)	0,887	0,893	0,880	1,30	0,879	1,095	0,91	1,011	0,893	0,885
Labor Nr.	23	25	28							
Messwert (% m/m)	0,890	0,866	0,873							

Bild 23. 2-Phenoxyethanol, Graphische Darstellung der Messwerte

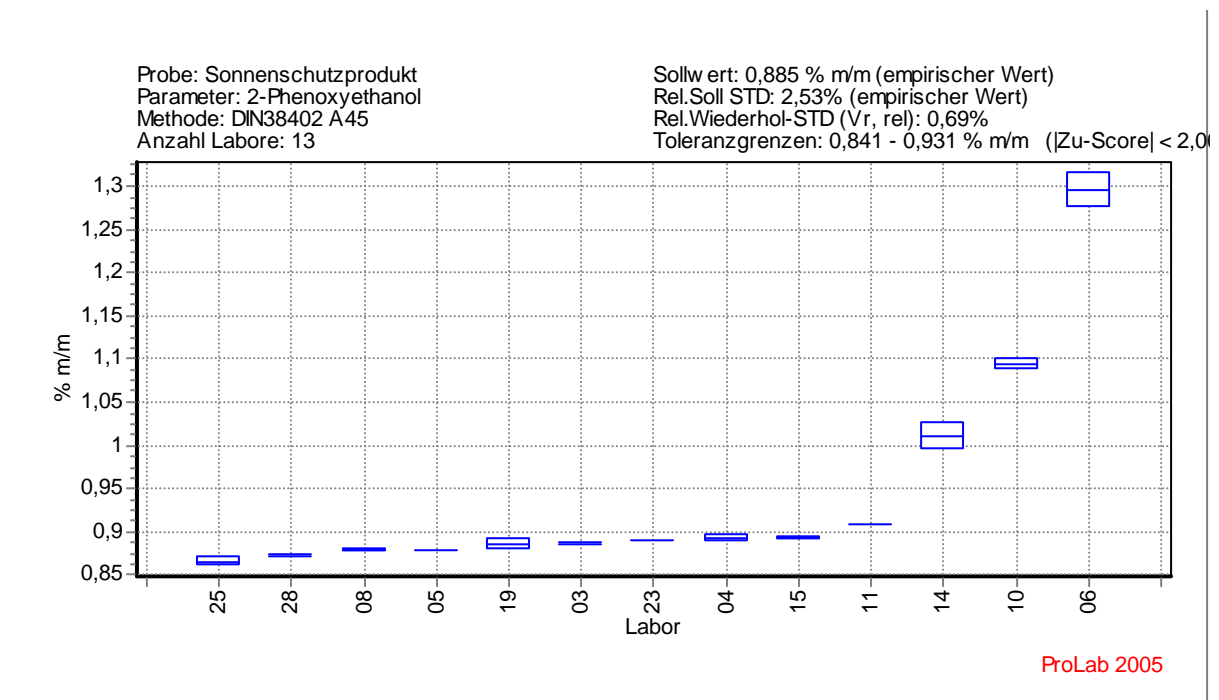
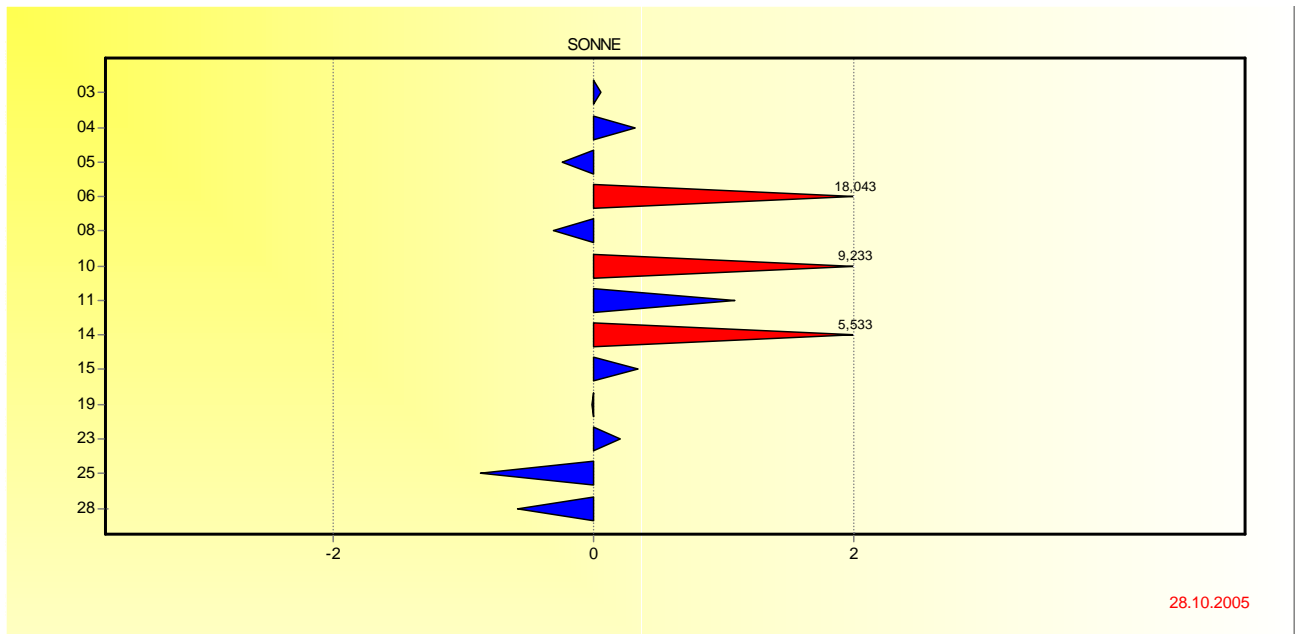


Bild 24. 2-Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur 2-Phenoxyethanol-Bestimmung:

Den Parameter 2-Phenoxyethanol bestimmten 14 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 6,32 % und lag damit höher als die im Ringversuch 2005 ermittelte (2,53 %).

Sonnenschutzprodukt, Methylparaben				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Methylparaben	% m/m	13	0,201% m/m	5,10%

Tabelle 13. Messwerte Methylparaben
 (Werte mit Z_u-Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	6	8	10	11	14	15	19
Messwert (% m/m)	0,197	0,194	0,200	0,220	0,194	0,200	0,220	0,214	0,207	0,199
Labor Nr.	23	25	28							
Messwert (% m/m)	0,190	0,191	0,195							

Bild 25. Methylparaben, Graphische Darstellung der Messwerte

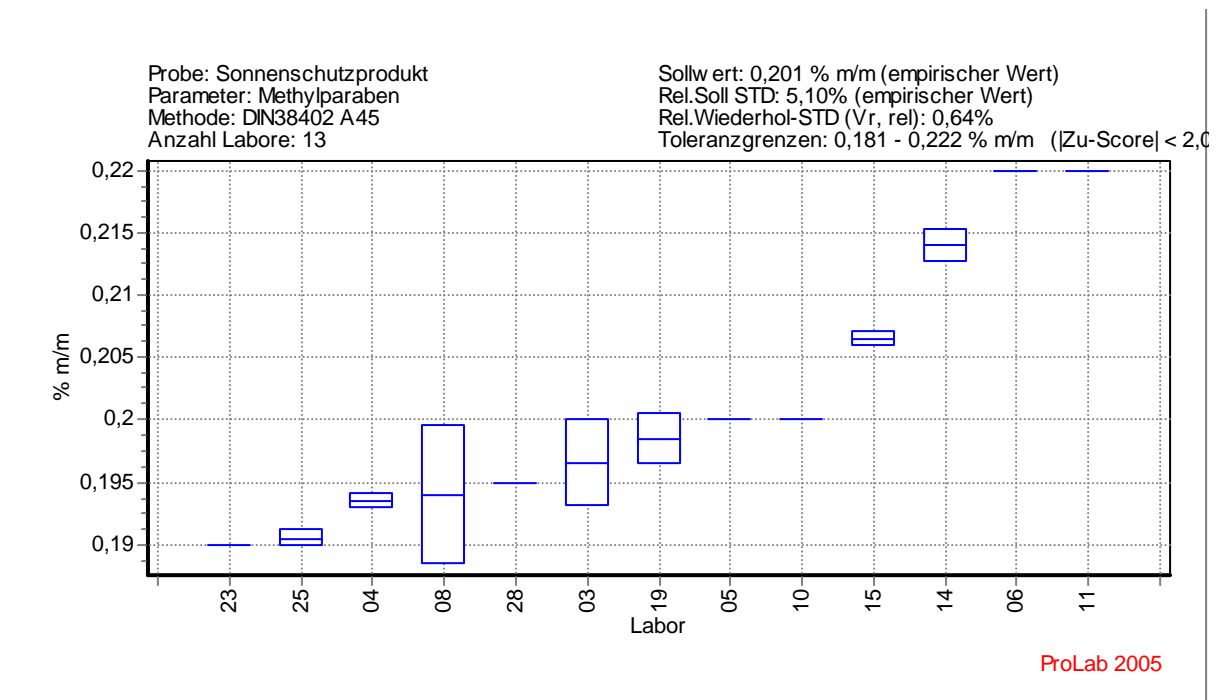
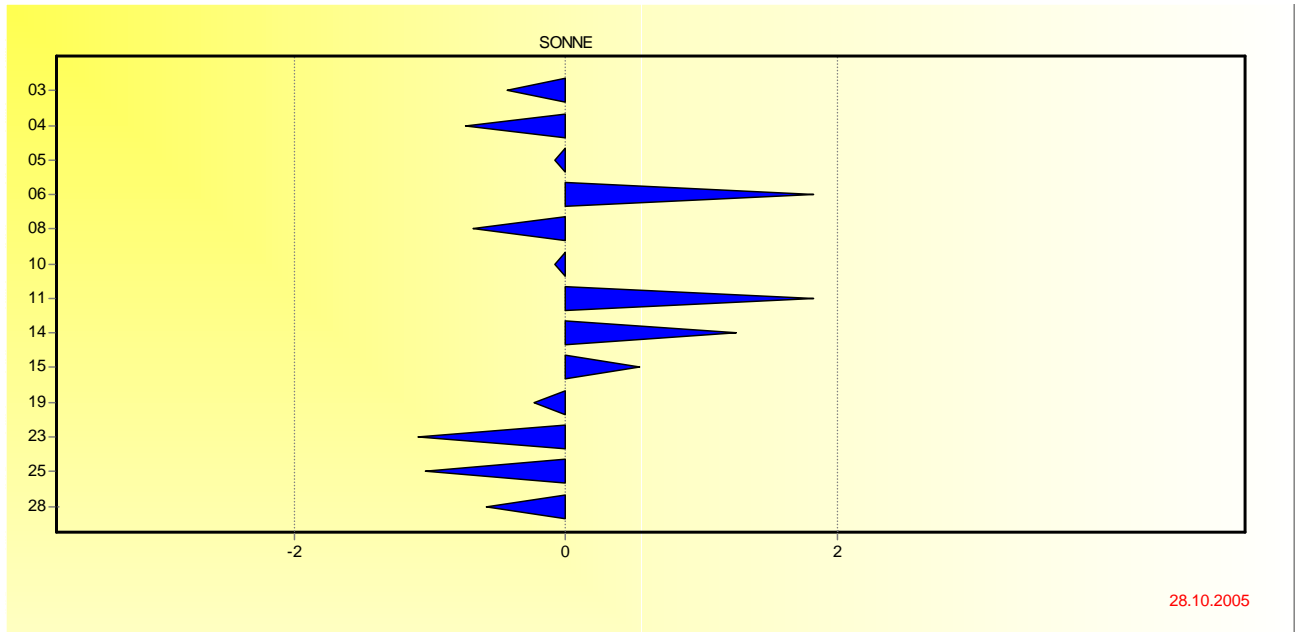


Bild 26. Methylparaben, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Methylparaben-Bestimmung:

Den Parameter Methylparaben bestimmten 13 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 10,54 % und lag damit höher als die im Ringversuch 2005 ermittelte (5,10 %).

Sonnenschutzprodukt, Propylparaben				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Propylparaben	% m/m	13	0,098% m/m	3,64%

Tabelle 14. Messwerte Propylparaben
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	6*	8	10*	11	14	15	19
Messwert (% m/m)	0,096	0,097	0,100	0,140	0,098	0,125	0,100	0,100	0,102	0,098
Labor Nr.	23	25	28							
Messwert (% m/m)	0,096	0,096	0,099							

Bild 27. Propylparaben, Graphische Darstellung der Messwerte

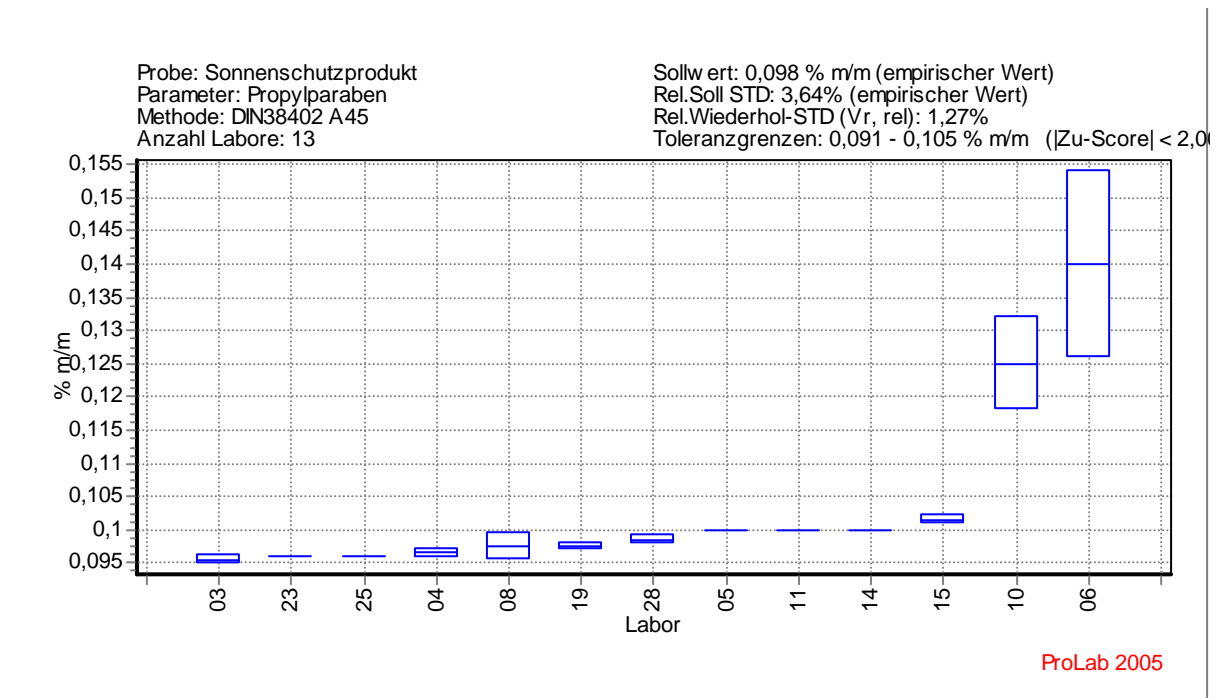
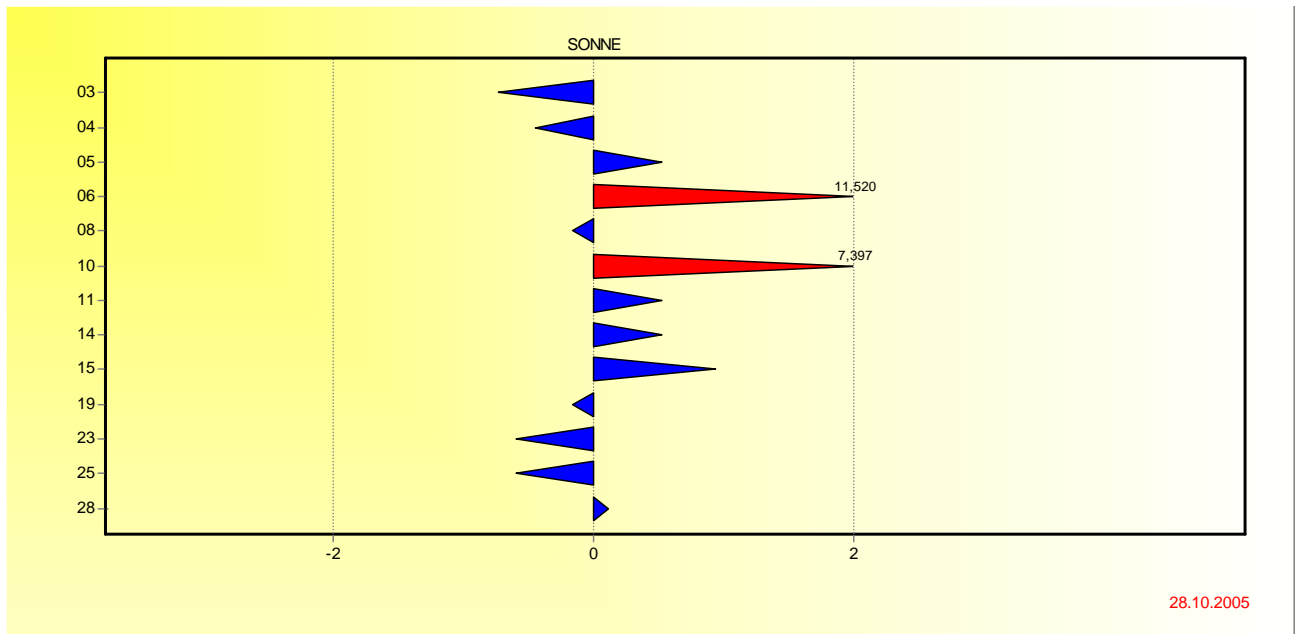


Bild 28. Propylparaben, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Propylparaben-Bestimmung:

Den Parameter Propylparaben bestimmten 13 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 8,92 % und lag damit höher als die im Ringversuch 2005 ermittelte (3,64 %).

Die Konservierungsmittel wurden ähnlich wie die Lichtschutzfilter mit sehr guter Reproduzierbarkeit bestimmt. Die Standardabweichungen liegen in dem für die instrumentelle Analytik erwarteten Bereich. Soweit bekannt, wurden die Bestimmungen mit HPLC gemacht.

Die nach DIN38402-A45 errechneten Mittelwerte stimmen mit den Rezepturwerten überein.

Auch hier bestätigt sich, dass die instrumentelle Analytik gegenüber den physikochemischen Messungen teilweise eine geringere Streuung der Messwerte ergibt.

Insgesamt wurden die Konservierungsmittel mit einem sehr guten Gesamtergebnis bestimmt.

Sonnenschutzprodukt, Glycerin				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Glycerin	%m/m	12	4,707 %m/m	12,91%

Tabelle 15. Messwerte Glycerin
 (Werte mit Z_U -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3	4	5	6	8	10	11	14*	15*	19
Messwert (% m/m)	4,88	4,86	4,11	5,6	4,62	4,64	4,33	6,29	3,55	4,99
Labor Nr.	23	29								
Messwert (% m/m)	4,4	4,66								

Bild 29. Glycerin, Graphische Darstellung der Messwerte

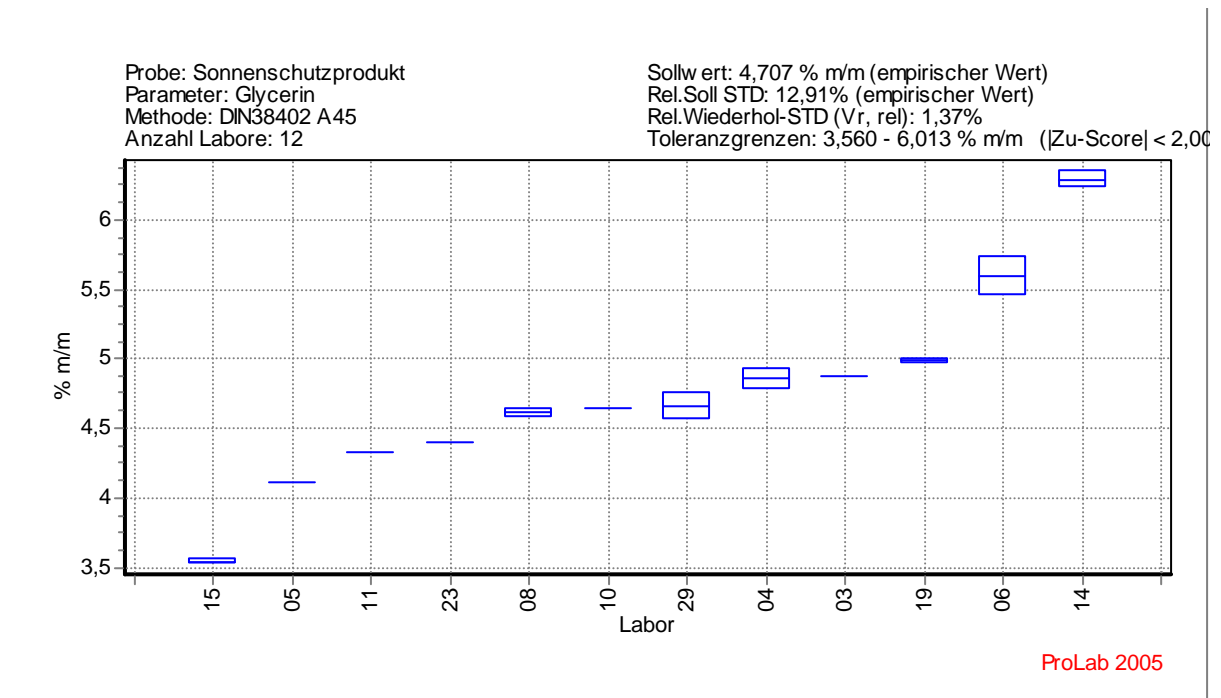
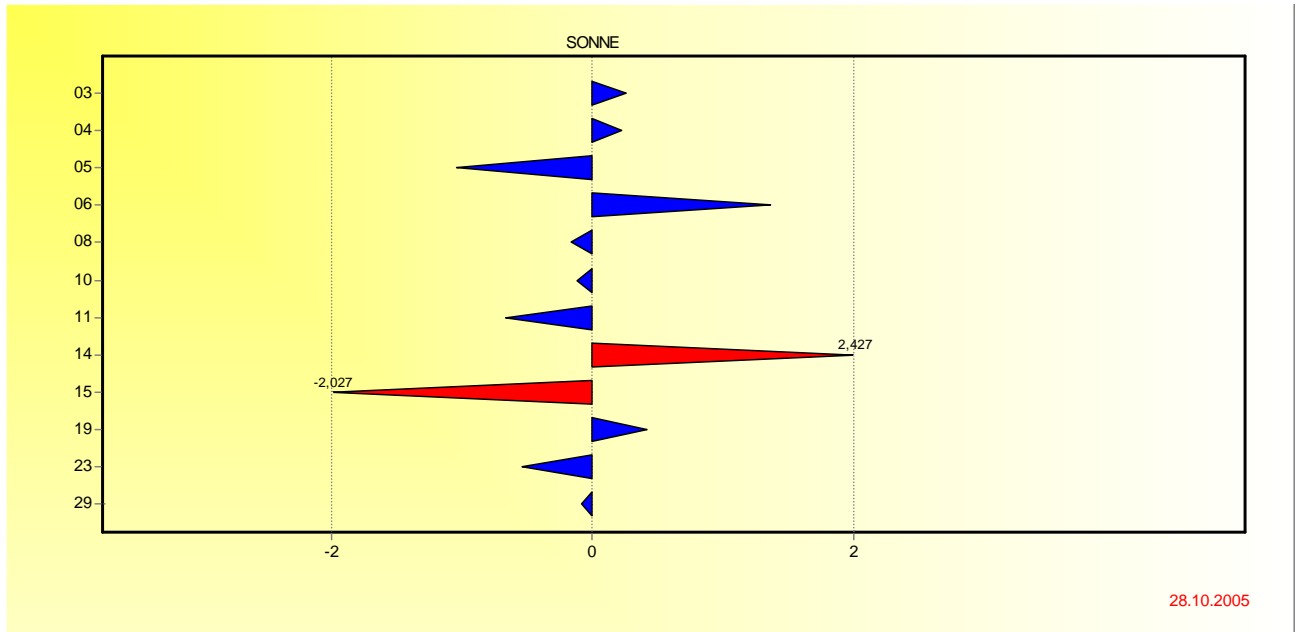


Bild 30. Glycerin, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Glycerin-Bestimmung:

Üblich scheint eine gaschromatographische Analyse zu sein. Die Labore mit abweichenden Messergebnissen hatten HPLC (einmal war die RI-Detektion angegeben) angewendet.

Dennoch wurde mit dem Mittelwert von 1,5% der Rezepturwert exakt erreicht. Man sollte allerdings berücksichtigen, dass viele Rohstoffe Propylenglykol als weiteren (Neben- oder Haupt-) Bestandteil haben und daher neben dem eigentlichen Rohstoff weitere Einträge als Summe berücksichtigt werden müssen.

Sonnenschutzprodukt, 1,2-Propandiol				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
1,2-Propandiol	% m/m	7	1,494 %m/m	7,07%

Tabelle 16. Messwerte 1,2-Propandiol
 (Werte mit Z_u-Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	3*	4	5	6*	8	10	11	14*	23
Messwert (% m/m)	2,95	1,58	1,43	2,08	1,58	1,60	1,55	1,07	1,55

Bild 31. 1,2-Propandiol, Graphische Darstellung der Messwerte

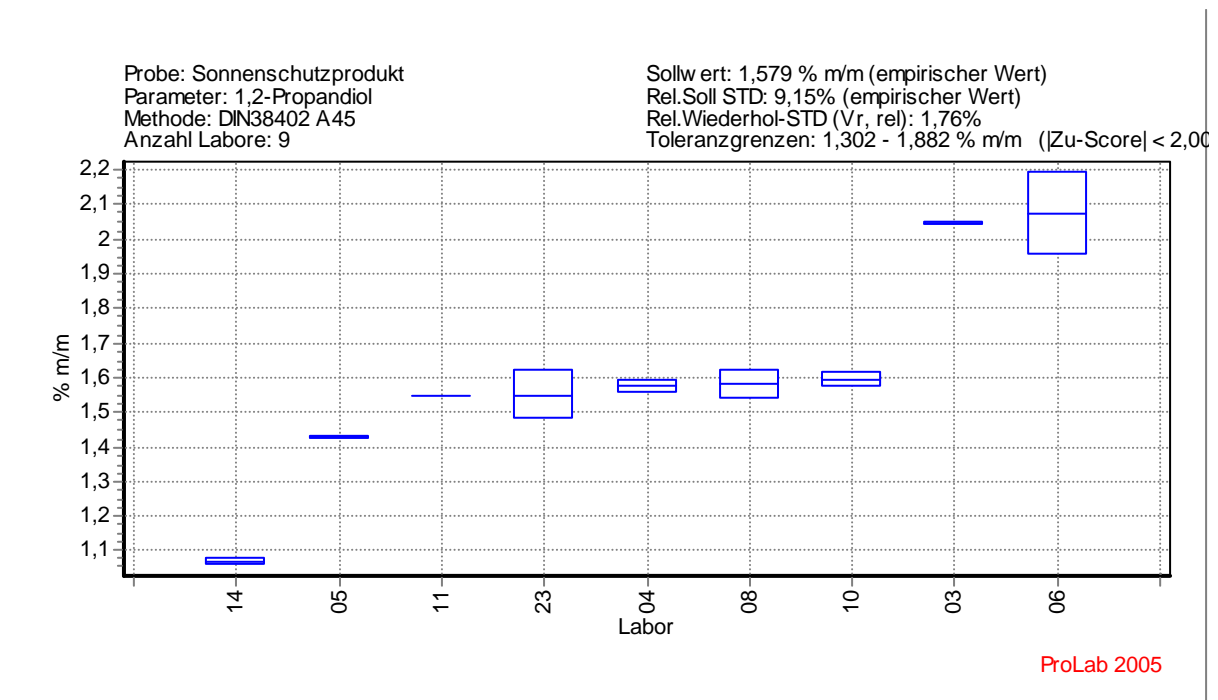
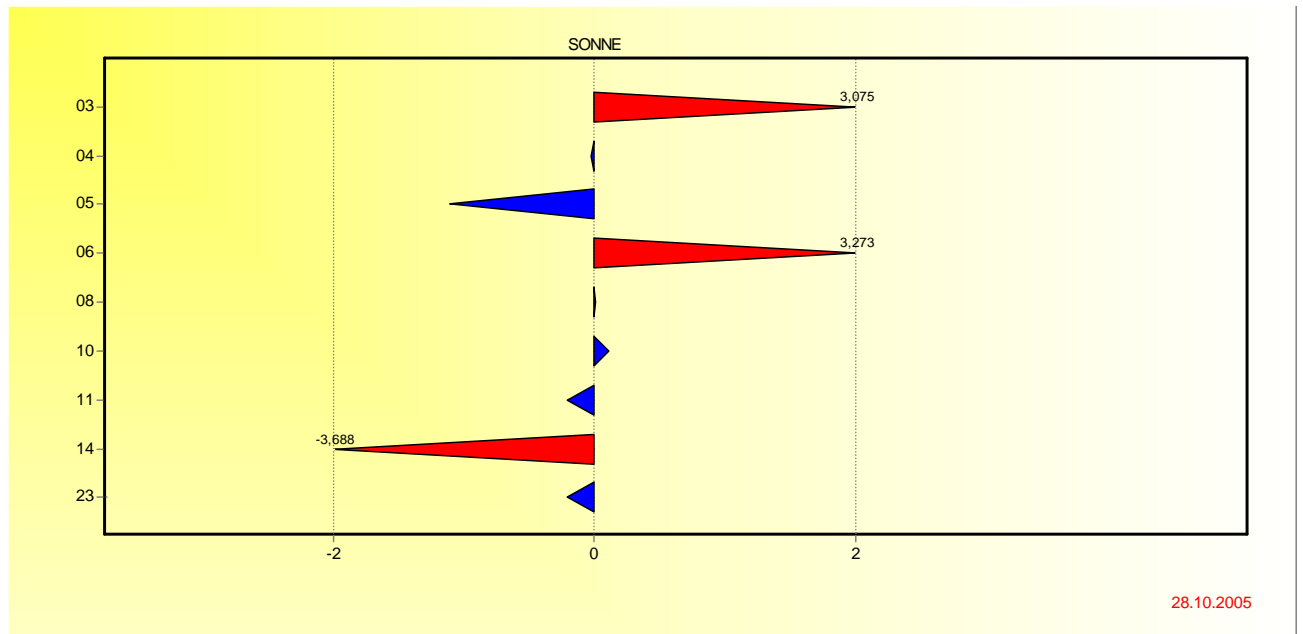


Bild 32. 1,2-Propandiol, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur 1,2-Propandiol-Bestimmung:

Den Parameter 1,2-Propandiol bestimmten 7 Labore in 2004, die Vergleichsstandardabweichung betrug 7,07 % und lag somit niedriger (besser) als die im Ringversuch 2005 bestimmte (9,15 %).

Soweit bekannt, wurde für die Bestimmung von 1,2-Propandiol GC, HPLC und ASU K84 00-24 eingesetzt, wobei sowohl zwei GC, als auch die ASU Methode über, bzw. unter dem Z_u Score-Limit lagen.

Der nach DIN38402-A45 errechnete Mittelwert stimmt mit dem Rezepturwert überein. Die Standardabweichungen sind deutlich höher als bei der Bestimmung der Lichtschutzfilter und der Konservierungsmittel, was aber durch die Verwendung von GC, HPLC oder anderer Methoden zu erklären ist (die Lichtschutzfilter und Konservierungsmittel wurden, soweit bekannt, generell mit HPLC bestimmt).

Insgesamt wurden die beiden Hilfsstoffe 1,2-Propandiol und Glycerin auch von weniger Teilnehmern als die Lichtschutzfilter und Konservierungsmittel bestimmt. Dafür, dass auch diese Parameter zum ersten Mal abgefragt wurden, konnte ein durchaus gutes Gesamtergebnis erzielt werden. Beide Mittelwerte stimmen mit dem Rezepturwert überein, lediglich die Streuung der Messwerte kann verbessert werden.

Rohstoff Polysorbate 20, Säurezahl				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Säurezahl	mg KOH/g	21	0,946 mg KOH/g	4,73%

Tabelle 17. Messwerte Säurezahl
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	2*	5	6	8	10	11	12	13	14	15
Messwert (% m/m)	11,74	0,92	0,90	1,00	0,99	0,90	1,13	0,85	0,88	0,87
Labor Nr.	16	18	19	20	21	23*	24	25	26	29
Messwert (% m/m)	1,13	0,90	0,90	0,94	1,09	0,59	1,09	0,99	0,78	0,90
Labor Nr.	30									
Messwert (% m/m)	1,05									

Bild 33. Säurezahl, Graphische Darstellung der Messwerte

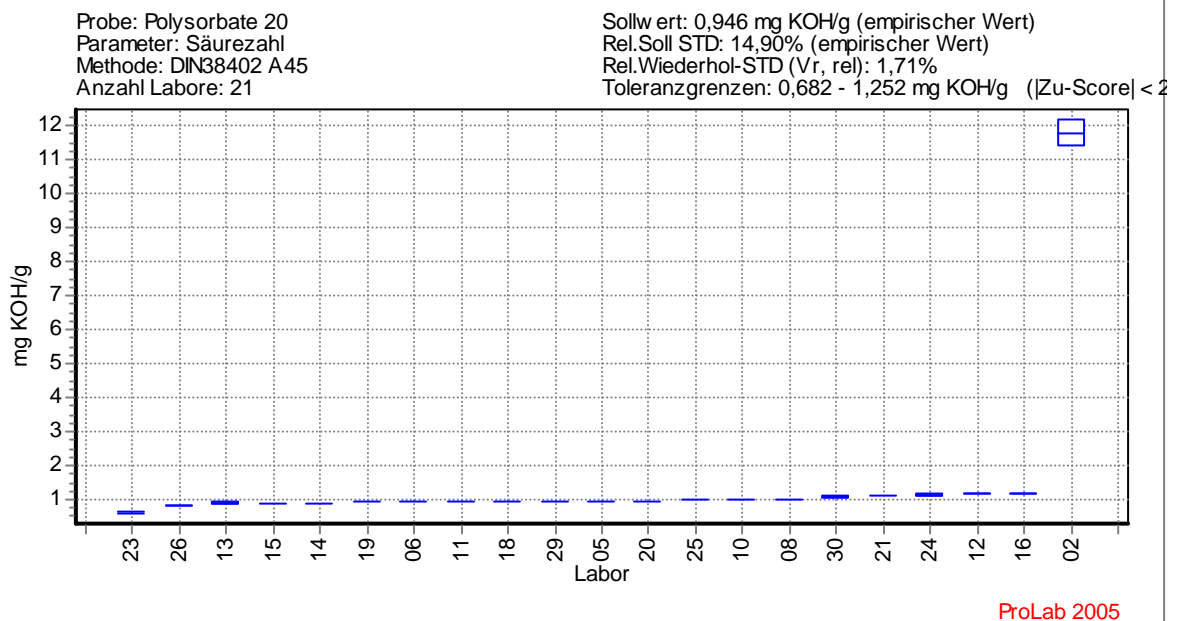
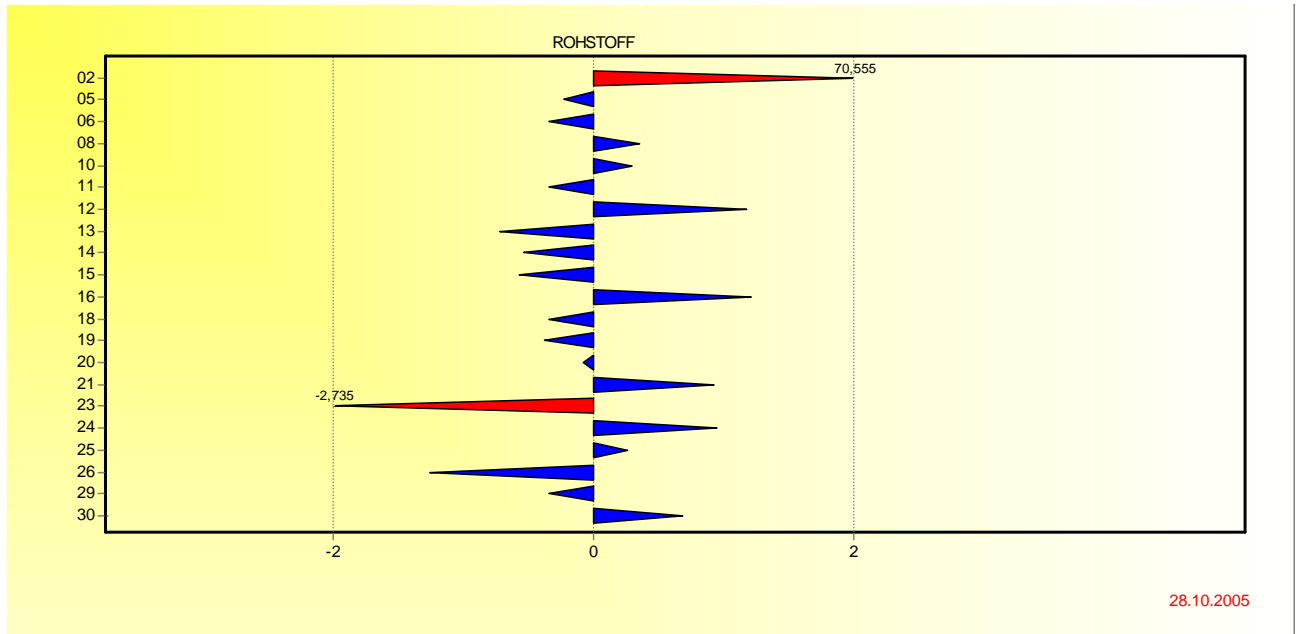


Bild 34. Säurezahl, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur Säurezahl-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Kennzahlen des Rohstoffs.

Rohstoff Polysorbate 20, Verseifungszahl				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Verseifungszahl	mg KOH/g	19	4,250 mg KOH/g	6,68%

Tabelle 18. Messwerte Verseifungszahl
 (Werte mit Z_u-Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	6	8	10	11	12	13	14	15	16*	18*
Messwert (% m/m)	46,3	44,7	46,4	44,0	42,6	45,1	40,7	49,2	1,57	37,1
Labor Nr.	19	20	21	23	24	25	26	29	30	
Messwert (% m/m)	45,3	45,3	48,5	48,1	43,0	45,0	45,2	47,6	46,4	

Bild 35. Verseifungszahl, Graphische Darstellung der Messwerte

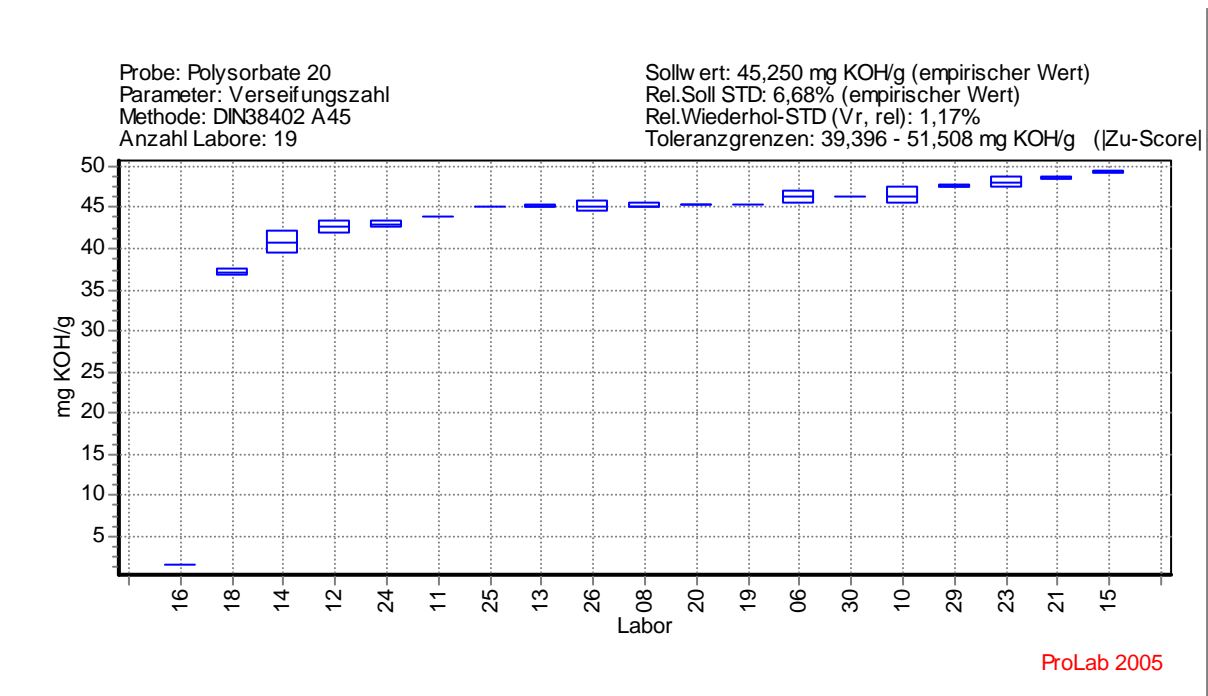
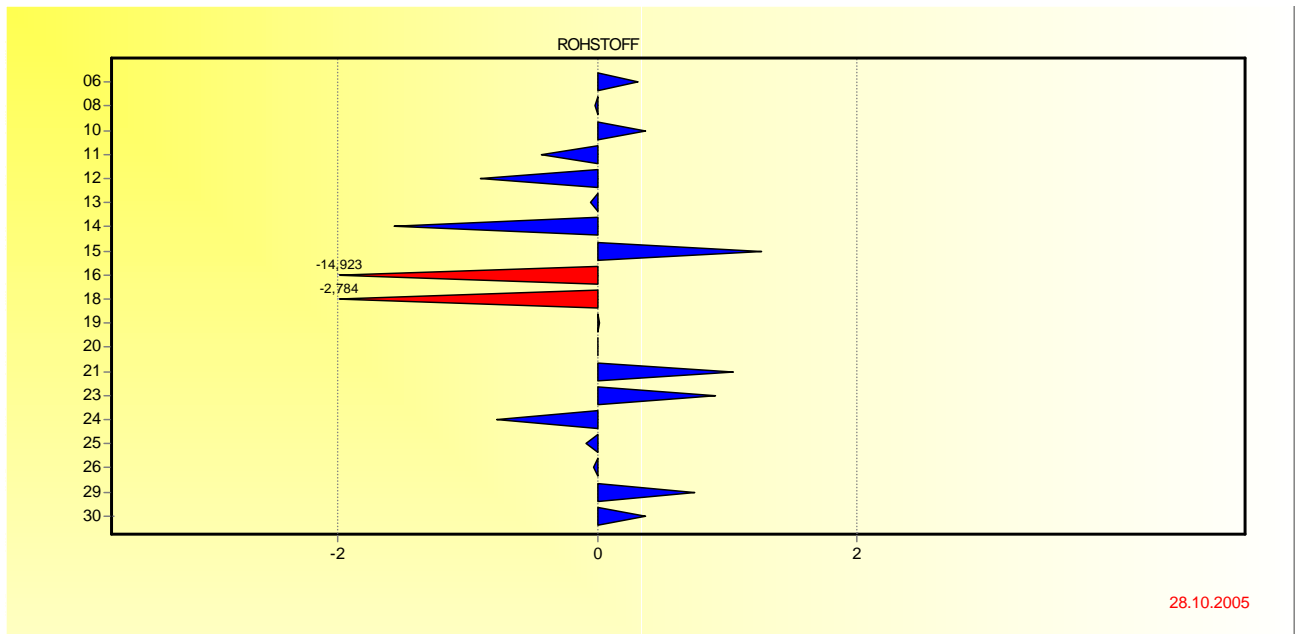


Bild 36. Verseifungszahl, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur Verseifungszahl-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Kennzahlen des Rohstoffs.

Rohstoff Polysorbate 20, Hydroxylzahl				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Hydroxylzahl	mg KOH/g	14	98,335 mg KOH/g	4,61%

Tabelle 19. Messwerte Hydroxylzahl
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	6	10	11	12	13	14*	15	18	19	23
Messwert (% m/m)	97,0	96,5	99,0	89,7	94,2	114,7	99,1	98,6	103,0	101,1
Labor Nr.	25*	26	29	30						
Messwert (% m/m)	117,0	98,0	98,4	98,0						

Bild 37. Hydroxylzahl, Graphische Darstellung der Messwerte

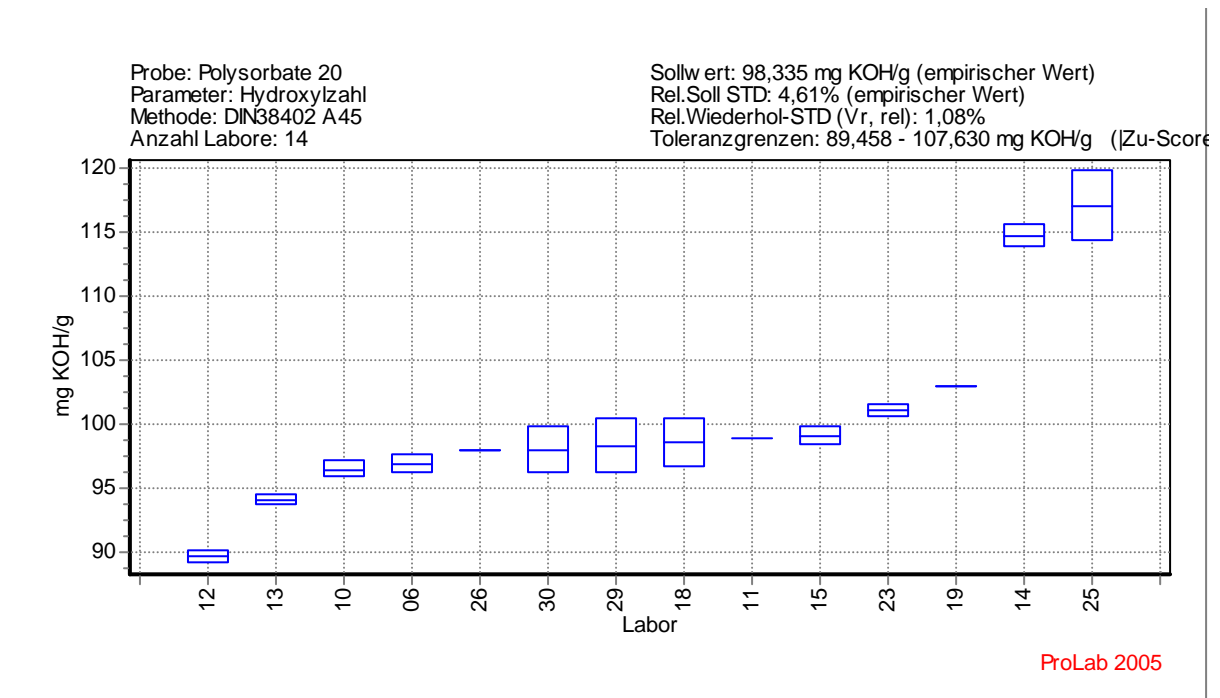
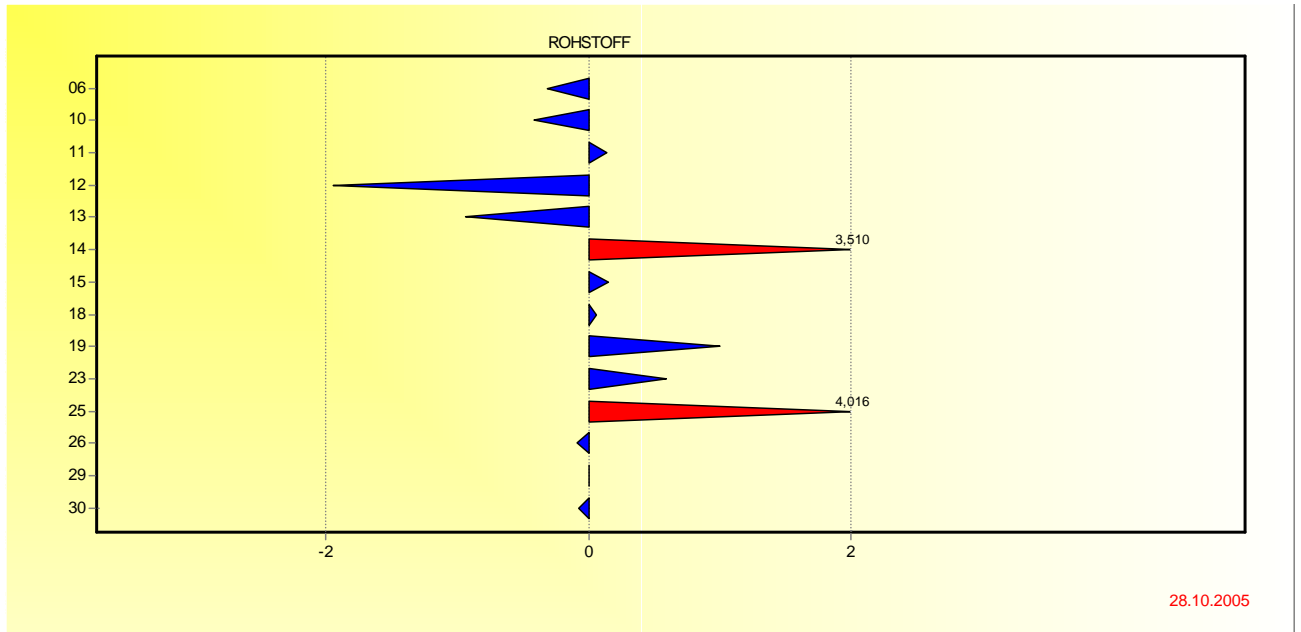


Bild 38. Hydroxylzahl, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Die Bemerkung der Fachgruppe zur Hydroxylzahl-Bestimmung folgt als Zusammenfassung der Bestimmung der Kennzahlen des Rohstoffs.

Rohstoff Polysorbate 20, Wassergehalt				
Parameter	Bedingung	Teilnehmerzahl	Labormittelwert	Vergleichs-Standard-abweichung
Wassergehalt	%m/m	10	2,763 %m/m	3,38%

Tabelle 20. Messwerte Wassergehalt
 (Werte mit Z_u -Score >2 in rot, bzw. Labornummer mit „*“)

Labor Nr.	4	6	8	10	11	12	13	14	15	16*
Messwert (% m/m)	2,75	2,73	2,80	2,70	2,80	2,70	2,81	2,62	2,90	3,57
Labor Nr.	18	19	20	21*	22	23	24	25	26	27
Messwert (% m/m)	2,70	2,70	2,92	3,85	2,80	2,76	2,62	2,73	2,74	2,76
Labor Nr.	28*	29	30							
Messwert (% m/m)	3,12	2,90	2,80							

Bild 39. Wassergehalt, Graphische Darstellung der Messwerte

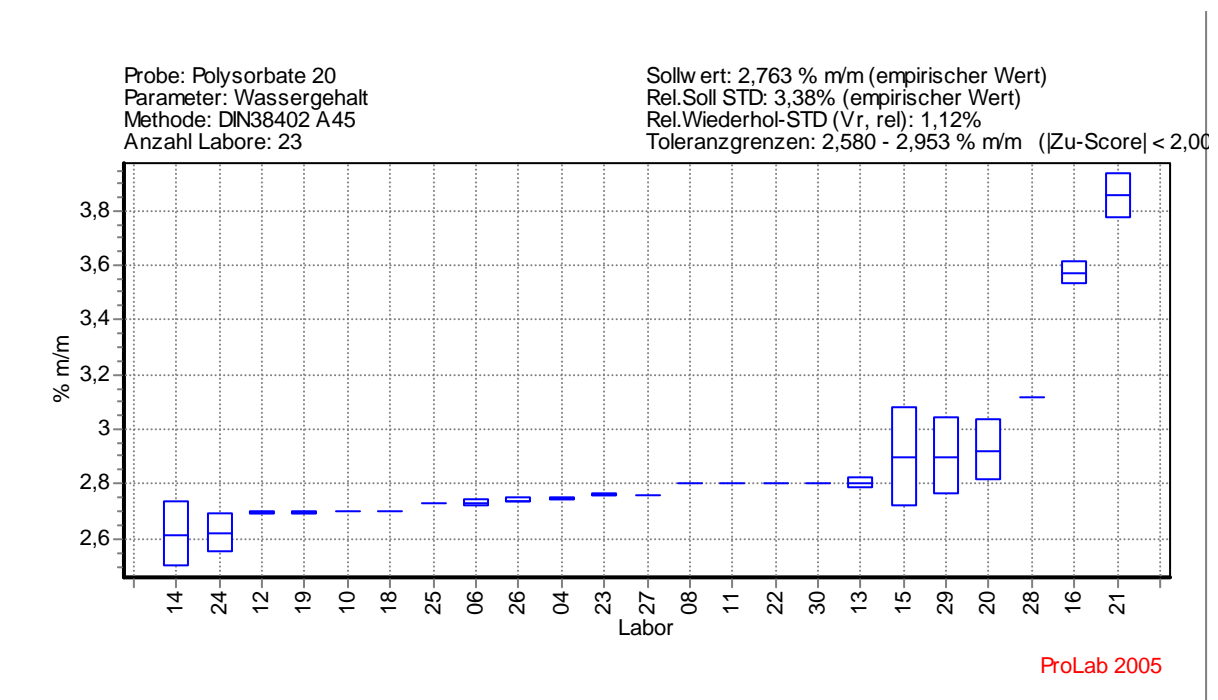
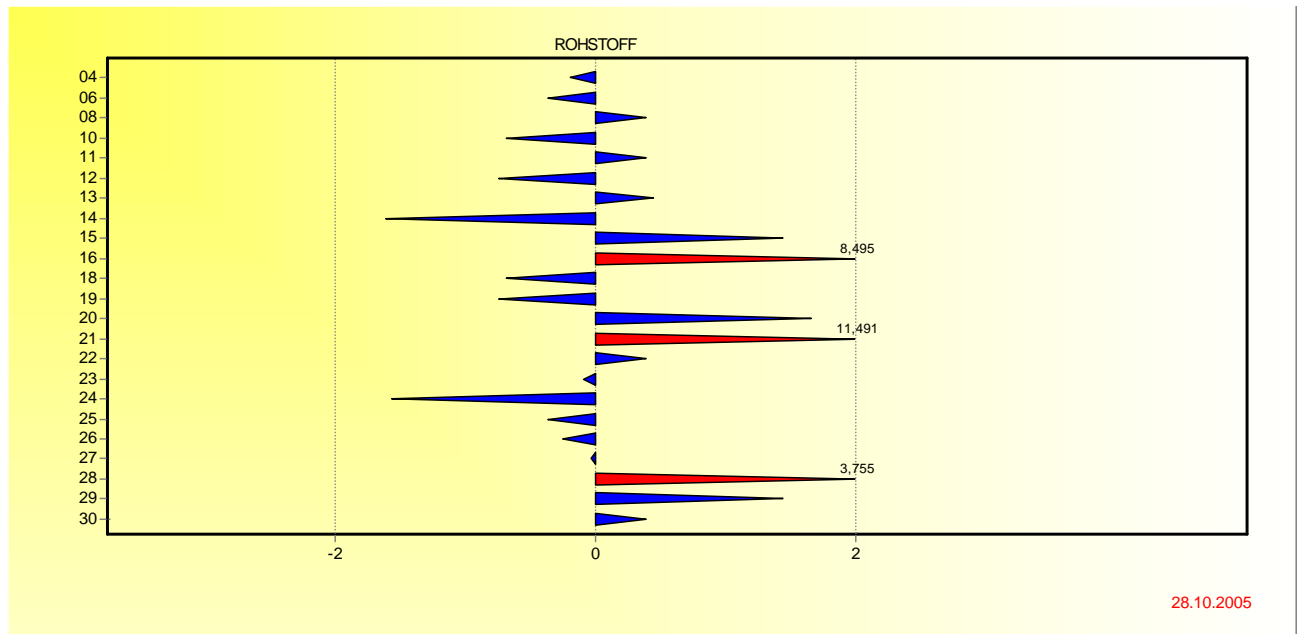


Bild 40. Wassergehalt, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Bemerkung der Fachgruppe zur Bestimmung der Kennzahlen des Rohstoffs Polysorbate 20:

Auch der Rohstoff wurde in diese Ringversuch zum ersten Mal aufgenommen. Zwischen 14 und 23 Teilnehmer haben jeweils die geforderten Parameter bestimmt.

Die nach DIN38402-A45 errechneten Mittelwerte stimmen im Gegensatz zu den Lichtschutzfiltern, Konservierungsmitteln oder Hilfsstoffen aber nicht mit den Vorgaben des Rohstofflieferanten überein. Die Werte liegen zwischen 5% unter, bzw. 18% über den Angaben aus der Spezifikation des Lieferanten.

Was die Ursache für die Abweichungen zwischen den Angaben des Lieferanten und den Werten der Teilnehmer sind, konnte bisher nicht ermittelt werden. Auch auf individuelle Fehler bei den Bestimmungen der Teilnehmer, die einen Z_u -Score $> 2,0$ erzielten, konnte aufgrund fehlender Informationen nicht eingegangen werden.

Insgesamt wurden die Rohstoff-Kennzahlen sehr gut von den Teilnehmern angenommen, was die Fachgruppe ermutigt, auch für den nächsten Ringversuch einen Rohstoff anzubieten.