



Ringversuch 2015

Bestimmung physikalisch-chemischer
Parameter in einer Bodylotion, einem
Rohstoff und einer Pt/Co-Lösung

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Düsseldorf, 14. Dezember 2015



Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	4
Zusammenfassung und Ausblick	6
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	9
Bodylotion, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	10
Bodylotion, Ergebnisübersicht Wassergehalt	11
Bodylotion, Ergebnisübersicht pH-Wert	12
Bodylotion, Ergebnisübersicht Dichte	13
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter der Bodylotion	14
Bodylotion, Ergebnisübersicht Rheologie	15
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung	22
Bodylotion, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol	23
Bodylotion, Ergebnisübersicht Glycerin	24
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe	25
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	26
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Wassergehalt	27
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht pH-Wert	28
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Dichte	29
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Brechungsindex	31
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)	33
Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Rheologie	34
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung	38
Kommentar der Fachgruppe zur Alkylpolyglucosid-Analytik	39
Pt/Co Lösung, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)	41
Kommentar der Fachgruppe zur Analytik der Pt/Co Lösung	42
Zusammenfassung / Schlussfolgerungen	43
Anhang	44



Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe 12 Ringversuche durchgeführt, die für Laboratorien der kosmetischen Industrie als Angebot dienen sollten, eine Standortbestimmung bezüglich der Qualität der eigenen Analytik zu ermöglichen (Ringversuchsauswertungen siehe ww.dgk-ev.de). Aufgrund der positiven Resonanz durch die Teilnehmer entschloss sich die Fachgruppe, auch in 2015 einen Ringversuch durchzuführen, welcher wieder als Zertifikats-Ringversuch ausgerichtet wurde.

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

Untersucht wurden diesmal eine Bodylotion, ein Rohstoff sowie eine Pt/Co Lösung. Sowohl die Bodylotion 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 „Bodylotion“:

Trockenrückstand, Wassergehalt, pH-Wert, Dichte, Glycerin, Phenoxyethanol, Rheologie

Ringversuch „Rohstoff“:

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

Ringversuch „Pt/Co Lösung“:

Farbzahl

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2015 als Laborvergleichsuntersuchung konzipiert und diente nicht der Validierung von Prüfmethoden. Daher wurden den Teilnehmern nur die zur Durchführung notwendigen Angaben zu Prüfmethoden vorgegeben.

Der Probenversand wurde im April 2015 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 31. Juli 2015. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab September 2015.



Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte

Grundlage:

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

Zielsetzung:

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

Durchführung:

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

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

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

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

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

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

Statistik:

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

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



Mittelwert der Labor Messwerte) erfolgen. Diese Abweichungen der Analysenergebnisse vom Sollwert werden in so genannten Z-Scores ausgedrückt:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Zusammenfassung und Ausblick

Auch bei dieser Laborvergleichsstudie handelt es sich natürlich um eine Momentaufnahme; um zu weiteren Aussagen zu kommen, plant die Fachgruppe einen weiteren Ringversuch in 2016 durchzuführen.

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

Die folgende Graphik liefert eine Übersicht über das Ergebnis der Teilnehmer, richtige Ergebnisse sind grün, falsche rot eingefärbt. Ein angemeldetes Labor hat keine Ergebnisse abgeliefert.

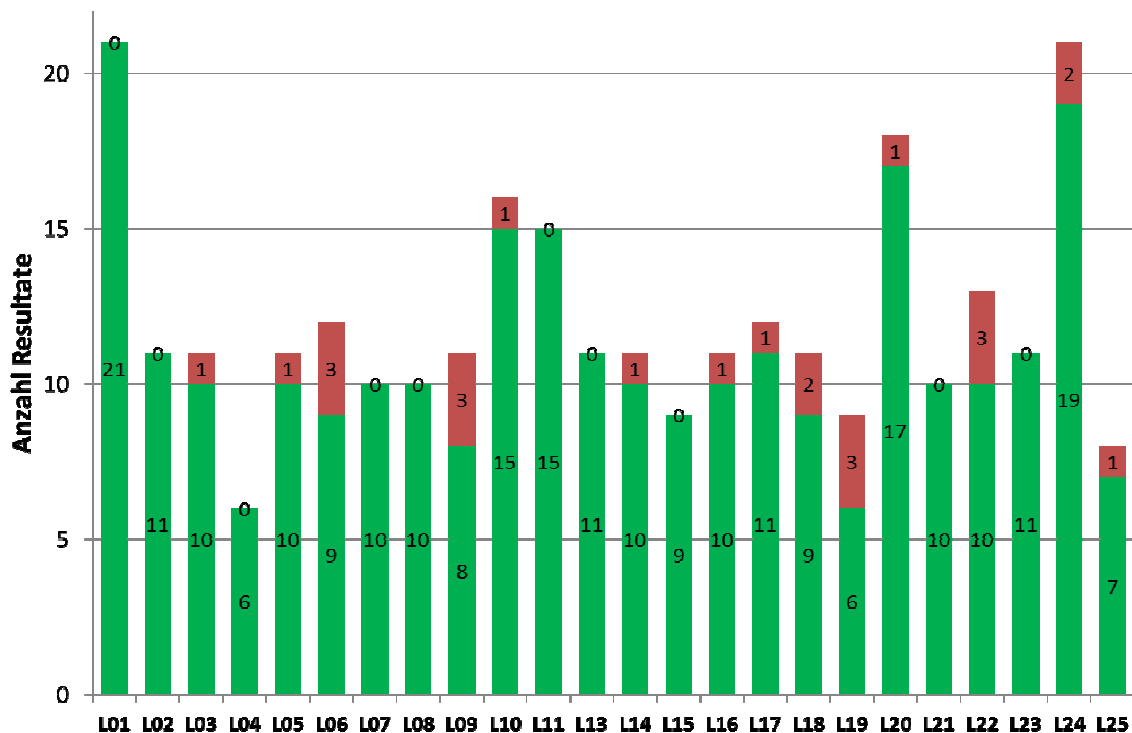


Abbildung 1: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer

10 von 25 in 2015 teilnehmenden und bewerteten Laboren haben alle abgegebenen Ergebnisse richtig bestimmt, 4 Labore konnten die geforderten 80% richtige Ergebnisse nicht erreichen. Ein Labor hat keine Ergebnisse eingereicht.

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

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

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

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

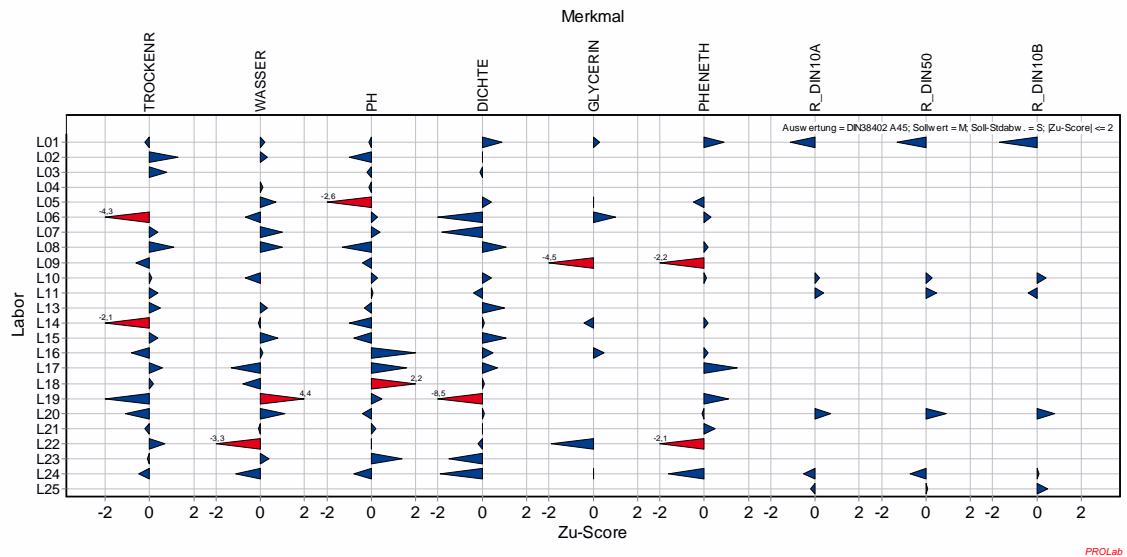


Abbildung 2: Zu-Scores pro Parameter; Matrix Bodylotion

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

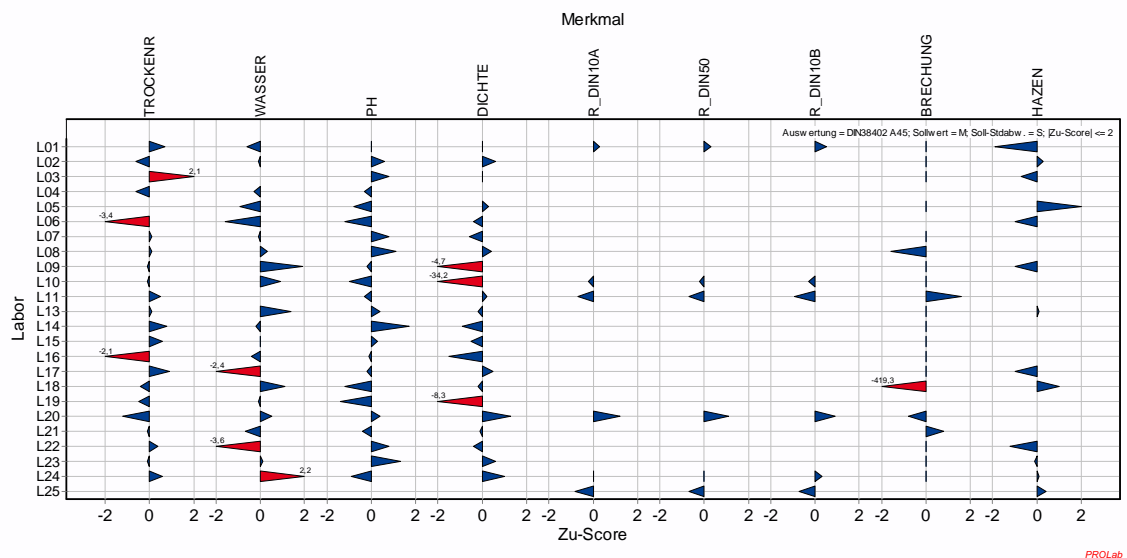


Abbildung 3: Zu-Scores pro Parameter; Matrix Rohstoff

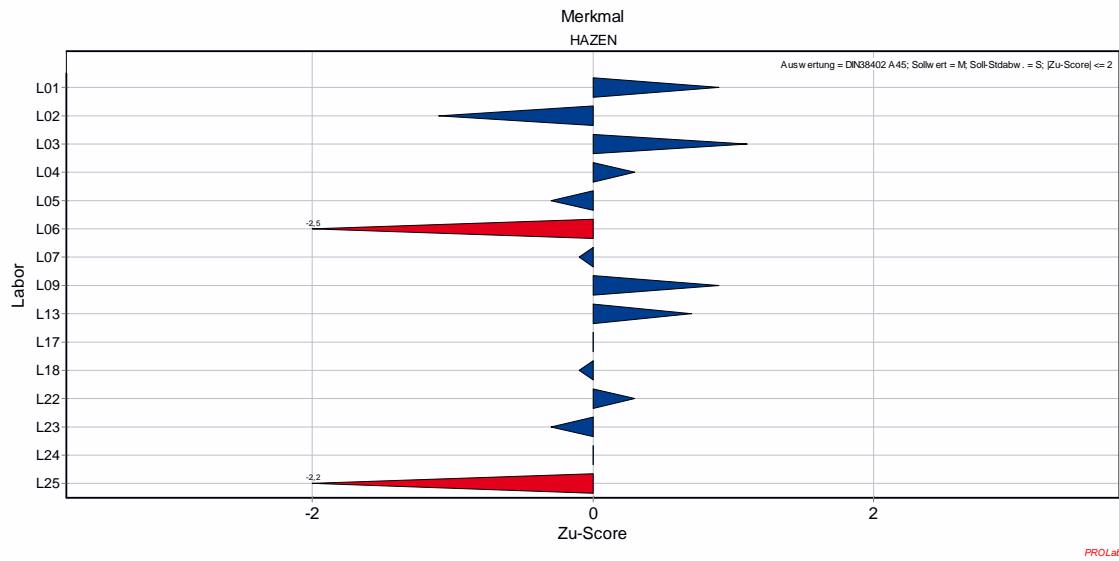


Abbildung 4: Zu-Scores pro Parameter; Matrix Pt/Co Lösung

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



Erläuterung zur Ergebnisübersicht

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

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

Bodylotion, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

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

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 42,0 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,59 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,71 %.

Tabelle 1: Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	41,6	44,5	43,5			33,9*	42,8	44,1	40,8	42,2	42,8	43
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	38,1*	42,8	40,5	43,2	42,5	38,2	39,9	41,5	43,3	41,9	41,0	

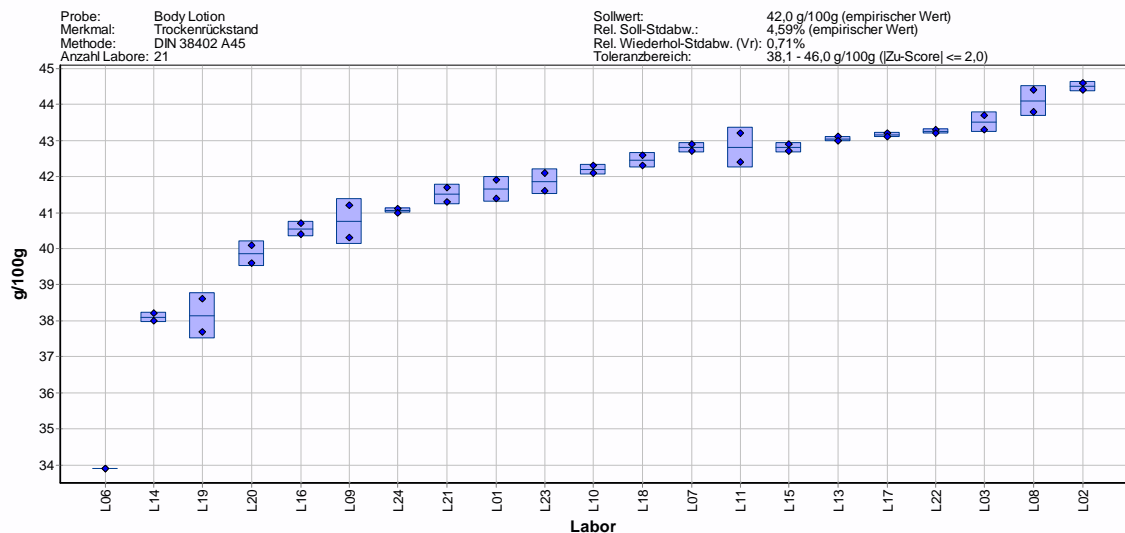


Abbildung 5: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

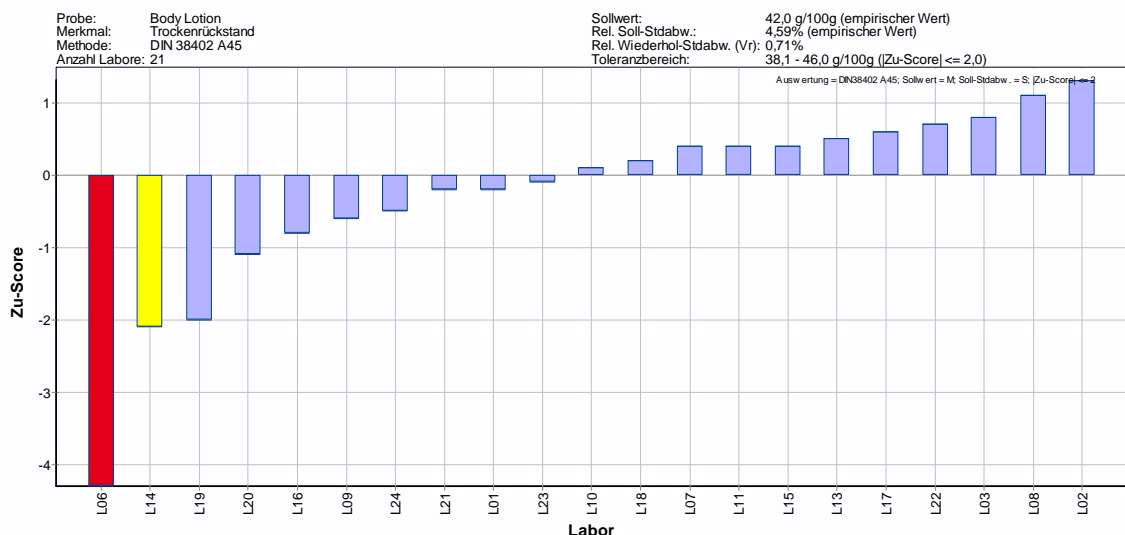


Abbildung 6: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores



Bodylotion, Ergebnisübersicht Wassergehalt

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

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 54,9 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,82 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,54 %.

Tabelle 2: Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	55,2	55,5		55,1	56,0	53,8	56,5	56,5		53,9		55,3
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	54,8	56,3	55,1	53,0	53,6	61,8*	56,6	54,8	50,0*	55,5	53,3	

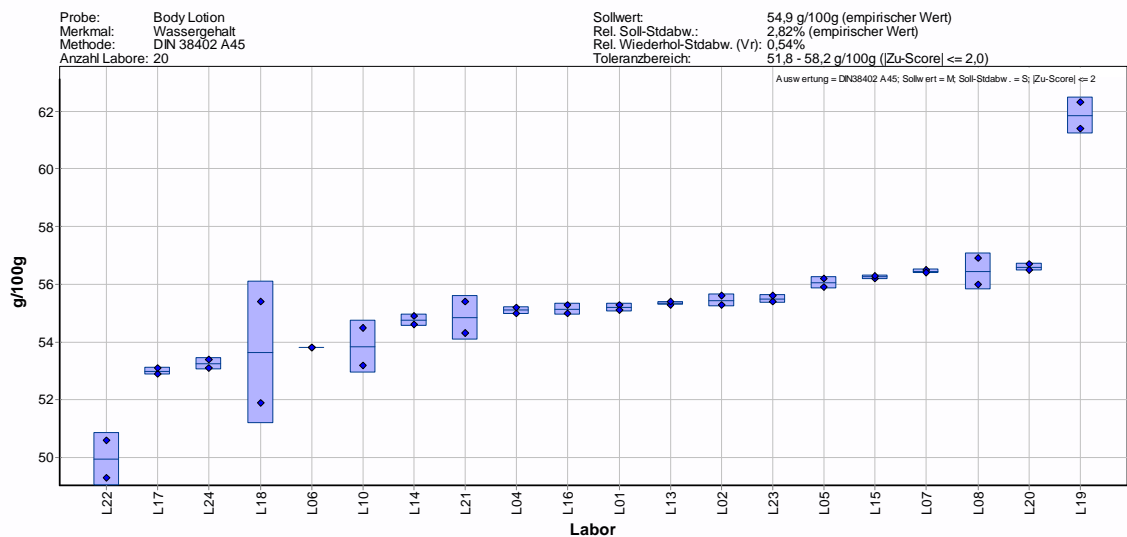


Abbildung 7: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

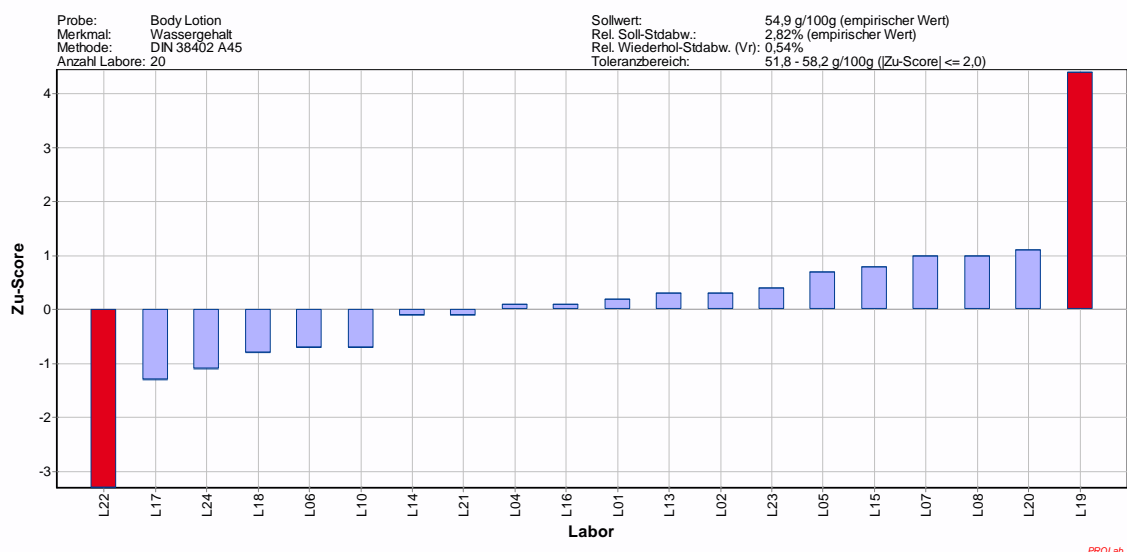


Abbildung 8: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Bodylotion, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 23 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,50, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,06 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,47 %.

Tabelle 3: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert	5,50	5,45	5,49	5,50	5,35*	5,52	5,53	5,43	5,48	5,52	5,51	5,49
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert	5,45	5,46	5,62	5,60	5,63*	5,53	5,47	5,51	5,50	5,58	5,46	

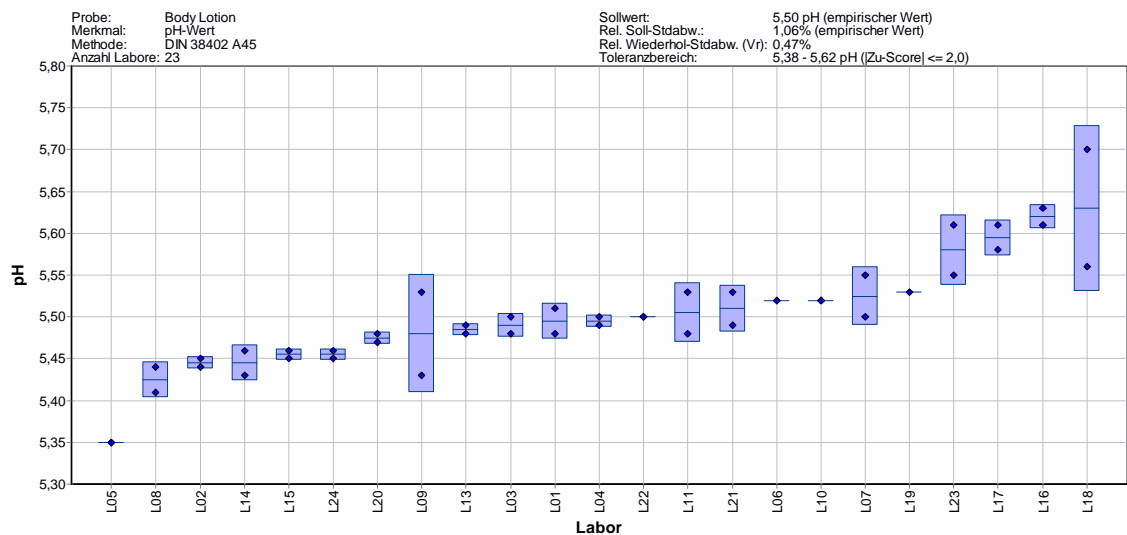


Abbildung 9: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

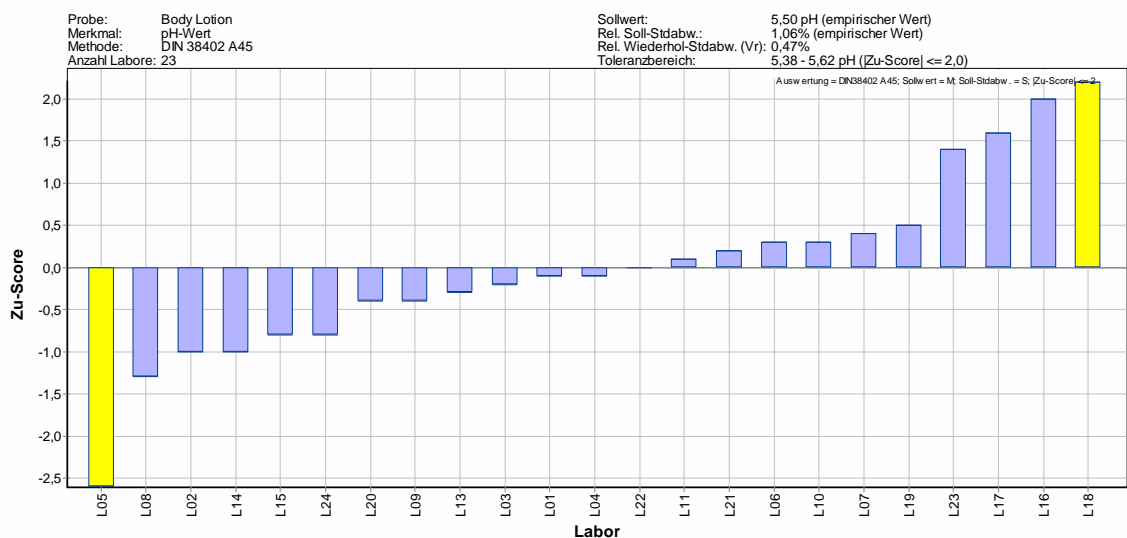


Abbildung 10: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Bodylotion, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,9795 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,24 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,04 %.

Tabelle 4: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/mL)	0,9817	0,9795	0,9792		0,9805	0,9746	0,9751	0,9822		0,9805	0,9786	0,9818
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/mL)	0,9797	0,9821	0,9808	0,9811	0,9798	0,9593*	0,9797	0,9794	0,9791	0,9760	0,9748	

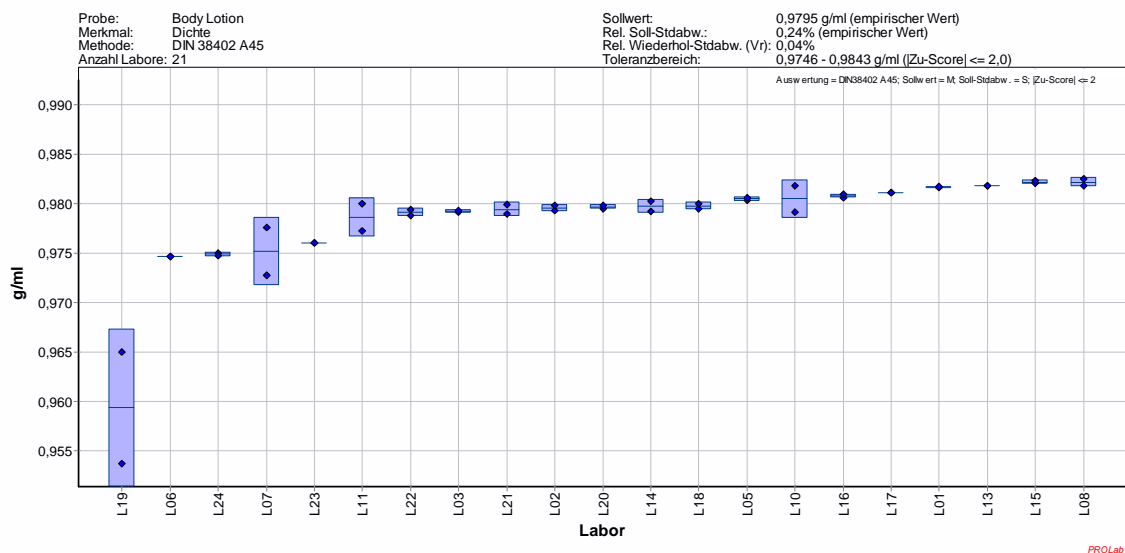


Abbildung 11: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

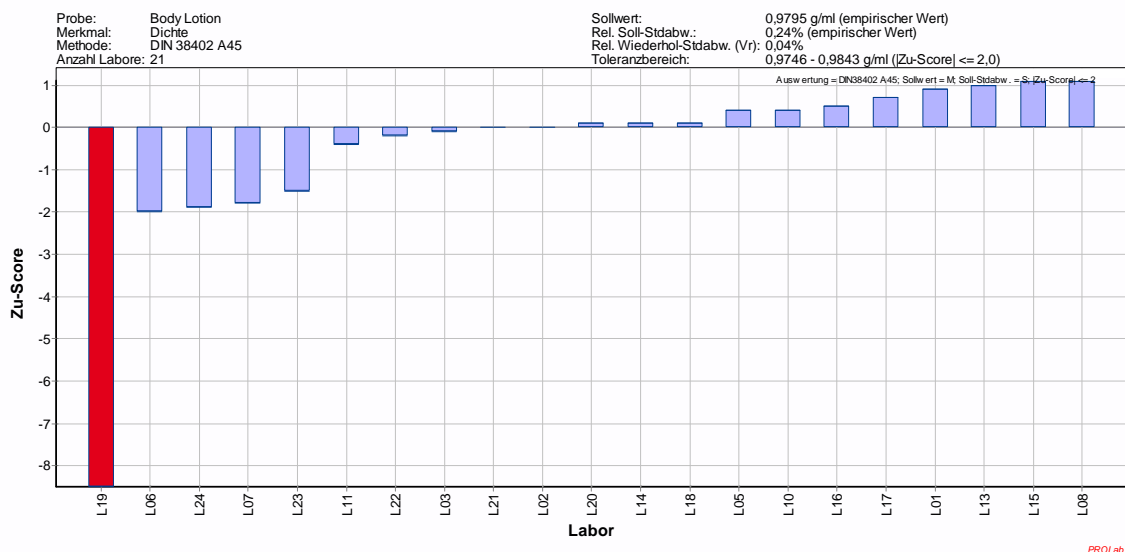


Abbildung 12: Dichte, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

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

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 42,0 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,59 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,71 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 21 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Labor 06 hat diesen Parameter mit der größten Abweichung bestimmt. Hier wurde entgegen der Vorgabe ein Trockenschrank und kein IR-Trockner verwendet. Es ist in den Daten eine gewisse Tendenz zu erkennen, dass Bestimmungen mittels Trockenschrank (Labore 06, 14, 19, 09, 24, 21 und 10) einen geringeren Trockenrückstand ergeben. Beide Labore, deren Ergebnisse mit „falsch“ gewertet wurden, haben Trockenschränke eingesetzt. Insgesamt ist die erreichte Vergleichsstandardabweichung von unter 5% für diesen Parameter gut und entspricht dem Durchschnitt der bisherigen Ringversuche.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 54,9 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,82 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,54 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 18 waren erfolgreich

Die Vergleichs- und Wiederholstandardabweichungen des Parameters Wassergehalt liegen innerhalb der erwarteten Toleranzen. Labor 19 hat den Wassergehalt als „Differenz zur Trockenmasse“ angegeben, obwohl als Methode die Karl-Fischer Titration vorgegeben war. Der resultierende Wert ist deutlich zu hoch. Labor 18 hat hier ungewöhnlich unterschiedliche Werte der Einzelbestimmungen erhalten, dies sollte zum Anlass genommen werden, die Wiederholbarkeit der verwendeten Methode zu prüfen. Insgesamt liegt die erreichte Vergleichsstandardabweichung von ca. 3% auch hier im dem Durchschnitt der bisherigen Ringversuche.

pH-Wert

Errechneter Sollwert 5,50; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,06 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,47 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 23 Laboratorien teilgenommen, 21 waren erfolgreich

Einige Labore, insb. die Labore 09 und 18 wiesen eine ungewöhnlich schlechte Reproduzierbarkeit der pH-Wert Bestimmung auf. Dies sollte zum Anlass genommen werden die verwendete pH-Methode zu überprüfen. Leider wurden hier keine genaueren Angaben zur verwendeten Methode gemacht. Ansonsten lieferte die pH-Wert Bestimmung zufrieden stellende Ergebnisse.

Dichte

Errechneter Sollwert 0,9795 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,24 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,04 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Die Dichte kann mittels Biegeschwingern sehr genau bestimmt werden, diese Methode verwendeten die meisten Teilnehmer. Labor 10 hat eine Spritze zur Dichtebestimmung verwendet. Das von Labor 19 verwendete Pyknometer zeigt eine zu kleine Dichte, was möglicherweise auf eine nicht luftblasenfreie Befüllung hindeutet. Die Fachgruppe empfiehlt, aufgrund der inhärenten Ungenauigkeit bei geforderten 4 Nachkommastellen kein Pyknometer oder Spritze zu verwenden.



Bodylotion, Ergebnisübersicht Rheologie

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität einer Bodylotion bei 20°C in mPas. Die Messungen konnten nach DIN 53019 oder nach der neu entwickelten DGK-Methode erfolgen. Zur DIN Messung war vorgegeben, dass Messungen im dynamischen Fließgleichgewicht (abzulesen nach 2 Minuten) bei Scherraten von 10s^{-1} , 50s^{-1} und wieder 10s^{-1} durchzuführen sind. Alle Messungen sollten bei 20°C durchgeführt werden.

Insgesamt 6 Labore gaben Ergebnisse von DIN Messungen ab, 5 Labore machten Messungen mit der DGK-Methode.

Die Messungen nach DIN wurden sowohl mit koaxialen Zylinder-, Kegel/Platte- als auch mit Platte/Platte-Messgeometrien durchgeführt, 2 Labore haben keine Angaben zur Messgeometrie gemacht.



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 13.228 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 24,3 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,74 %.

Tabelle 5: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	9909									14144	14790	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							16000				11775	12750

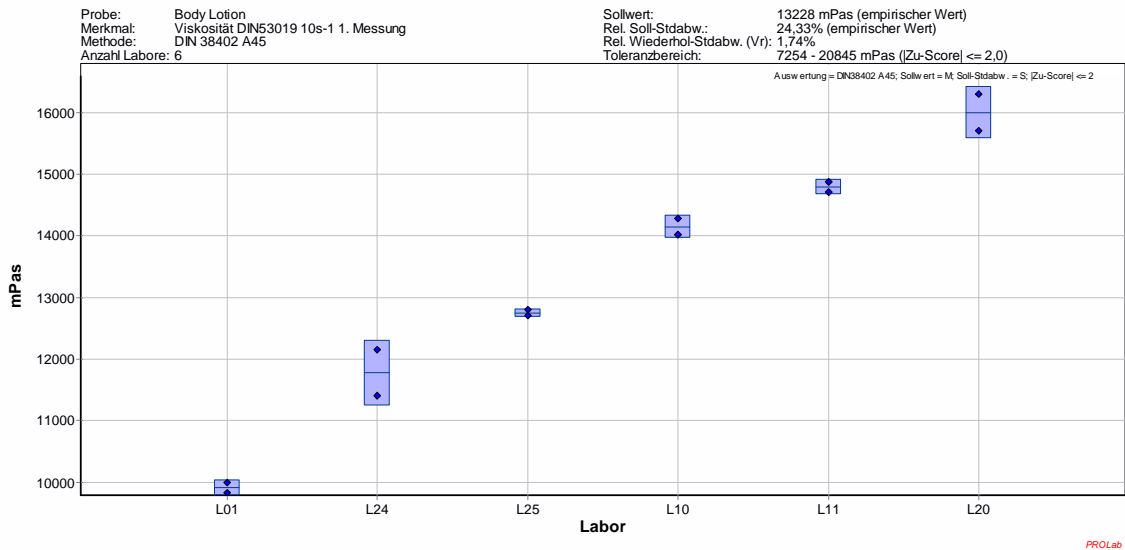


Abbildung 13: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

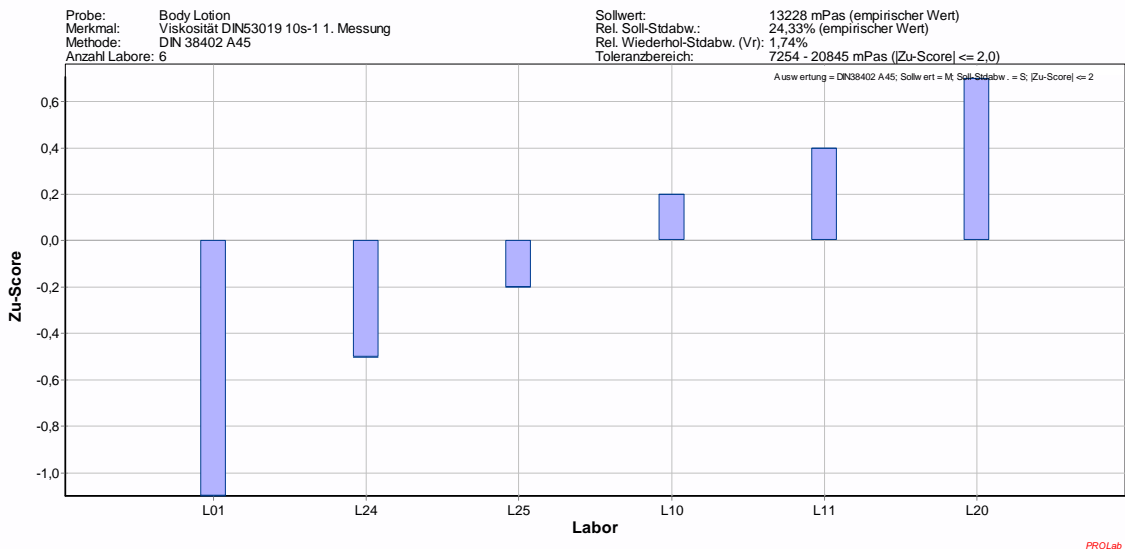


Abbildung 14: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 3.460 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 12,19 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,47 %.

Tabelle 6: Messwerte Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	2940									3578	3689	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							3850				3191	3515

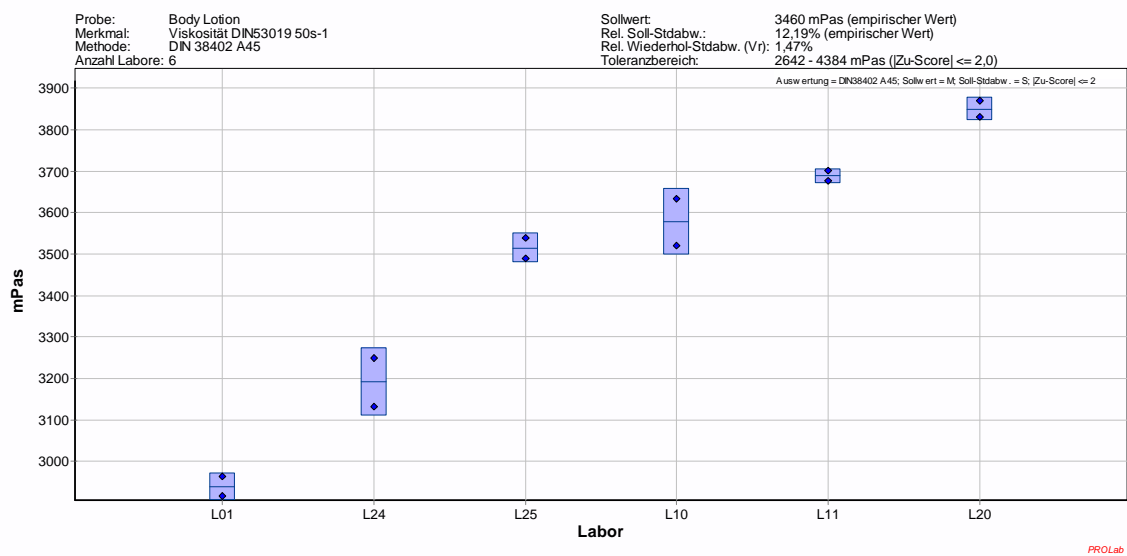


Abbildung 15: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

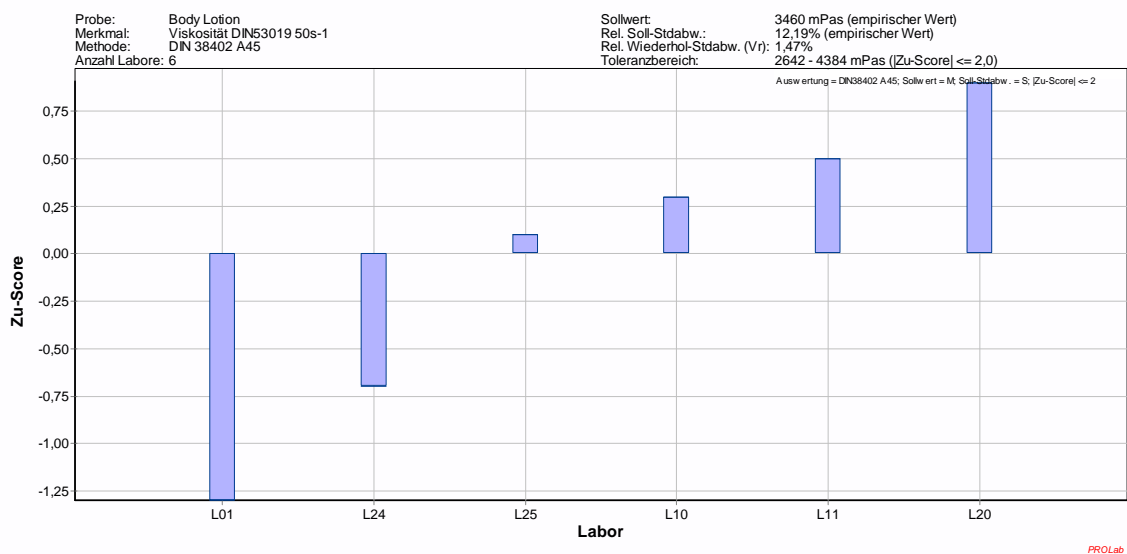


Abbildung 16: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 11.022 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 10,27 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,64 %.

Tabelle 7: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	9235									11487	10552	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							11950				11170	11650

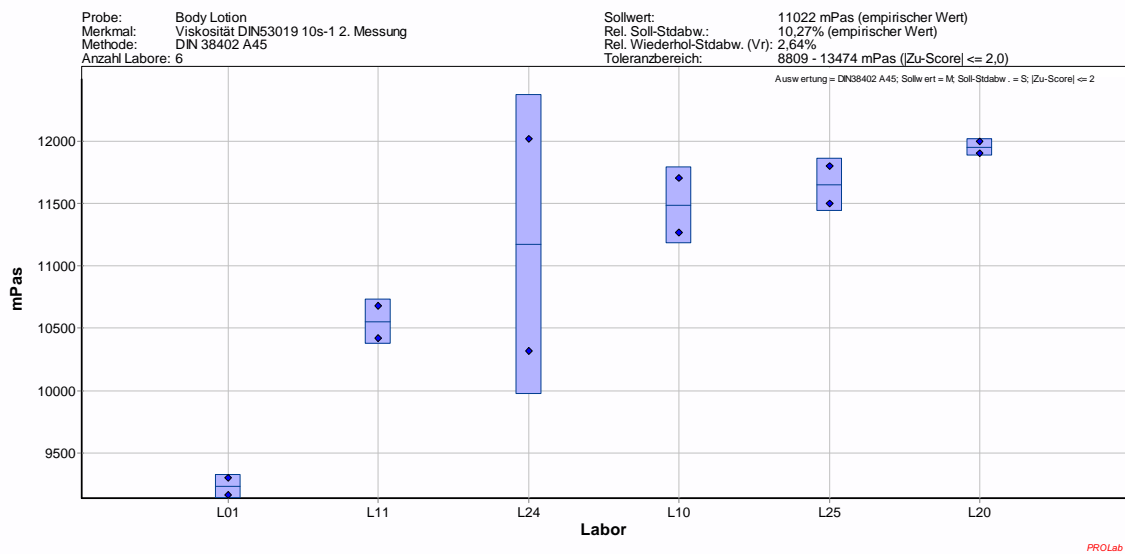


Abbildung 17: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

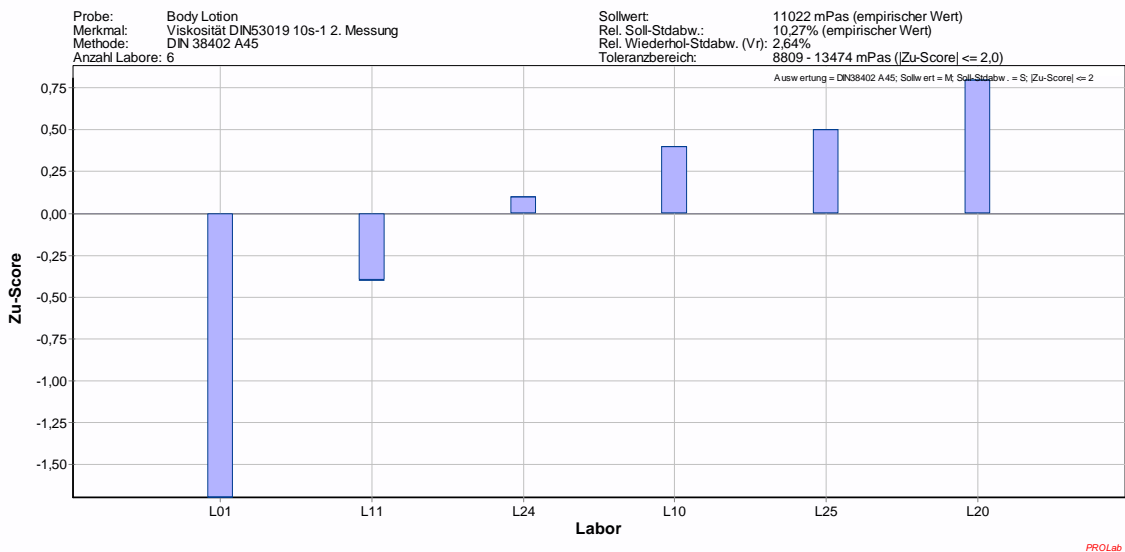


Abbildung 18: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Rheologische Messungen nach der DGK-Methode wurden von 5 Laboren durchgeführt. Für die Viskositätszahl nach der DGK-Methode errechnet sich ein Labormittelwert von 3.508 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 10,89 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,96 %.

Tabelle 8: Messwerte Viskositätszahl nach der DGK-Methode

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	3559		3563								3404	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							11737*				678*	

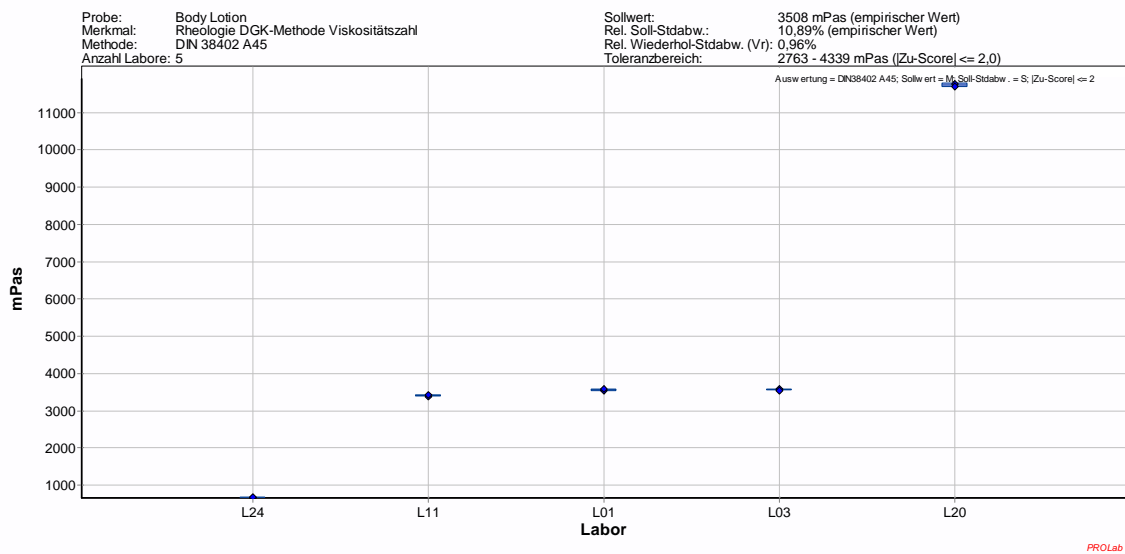


Abbildung 19: Viskositätszahl nach der DGK-Methode, graphische Darstellung aller Messwerte

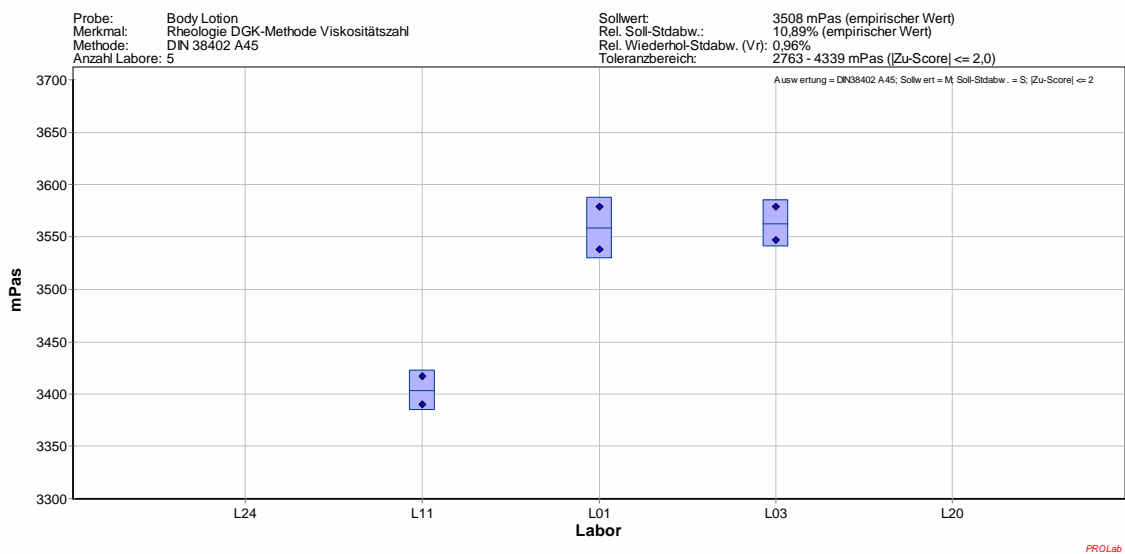


Abbildung 20: Viskositätszahl nach der DGK-Methode, graphische Darstellung der Messwerte ohne Labore 20 und 24

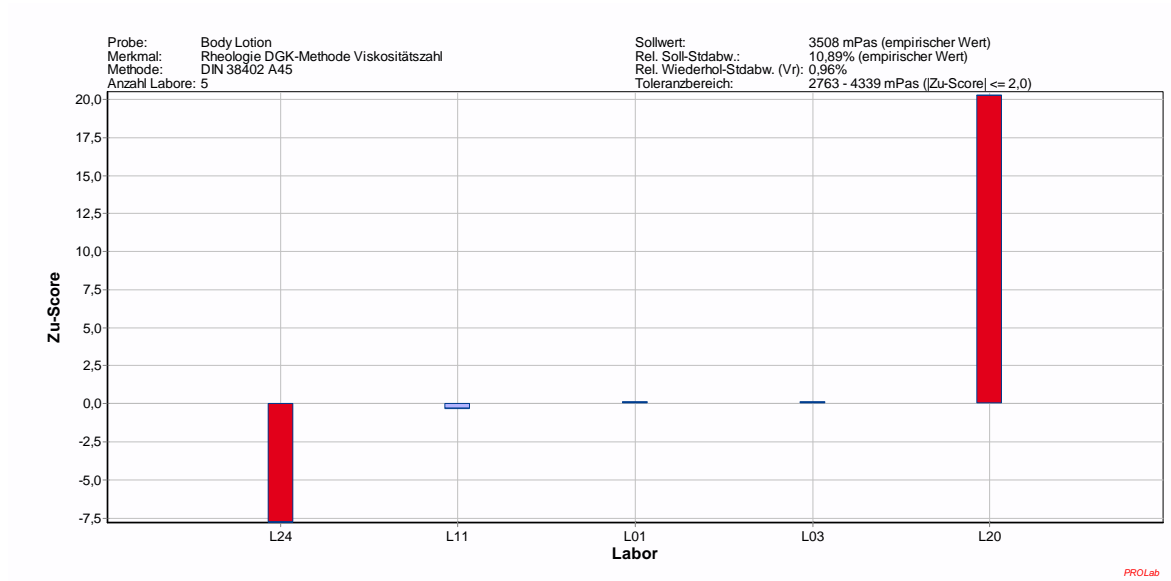


Abbildung 21: Viskositätszahl nach der DGK-Methode, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für den Fließpunkt nach der DGK-Methode errechnet sich ein Labormittelwert von 251.968 Pa, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 45,39 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,67 %.

Tabelle 9: Messwerte Fließpunkt nach der DGK-Methode

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Fließpunkt (Pa)	324460		380478								345790	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Fließpunkt (Pa)							128694				69736	

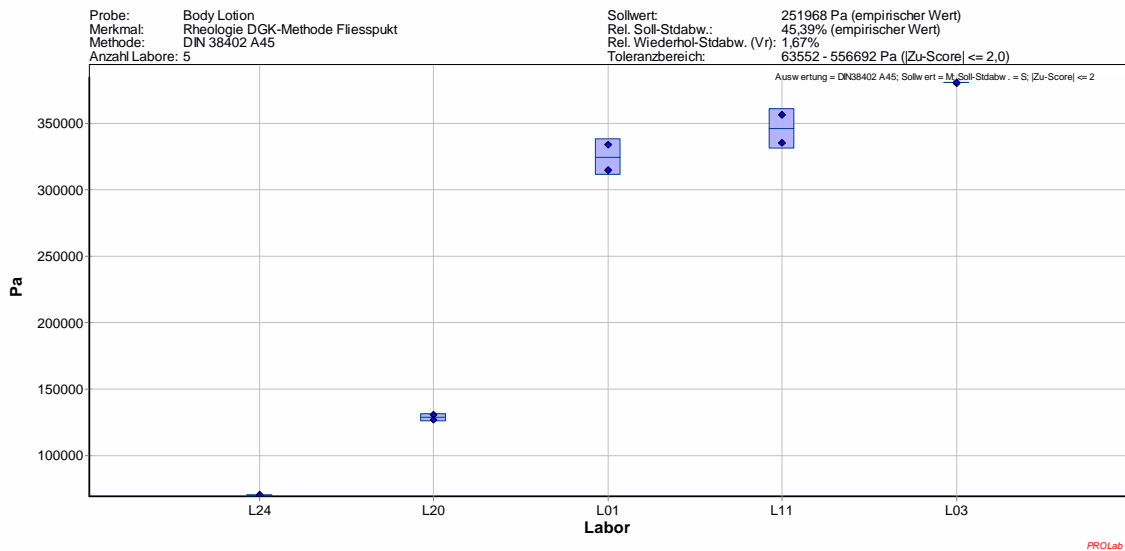


Abbildung 22: Fließpunkt nach der DGK-Methode, graphische Darstellung aller Messwert

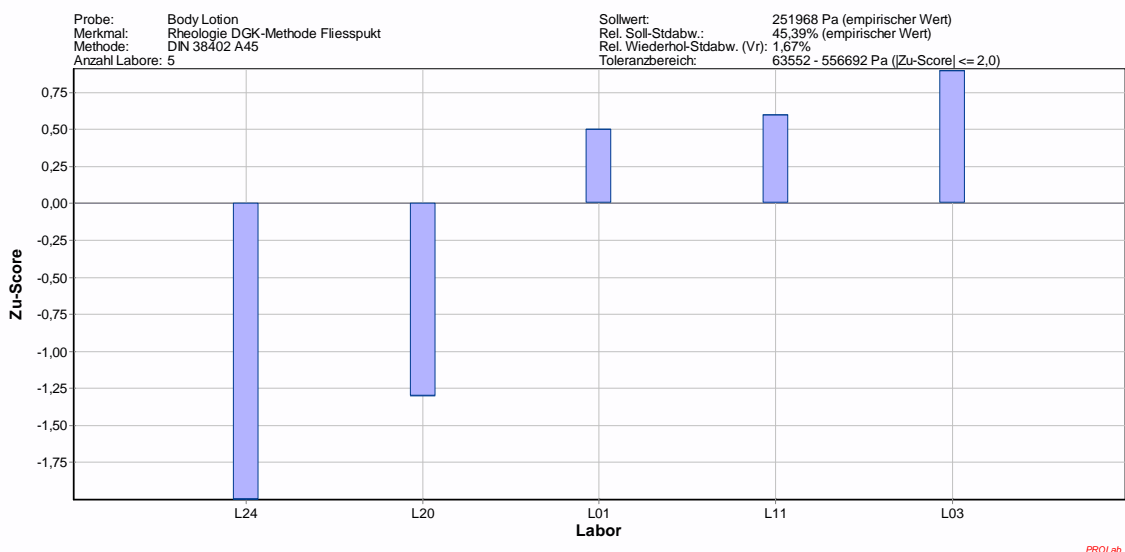


Abbildung 23: Viskositätszahl nach der DGK-Methode, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Sortiert man die Messergebnisse, die mit einer DIN-Geometrie gemessen wurden, so stellt man fest, dass die Streuung der Messwerte trotz der präzisen Methodenvorgabe recht hoch ist. Eine Abhängigkeit von der verwendeten Messsystemgeometrie oder vom eingesetzten Rheometertyp konnte aufgrund der geringen Zahl der Ergebnisse nicht festgestellt werden.

Die gefundenen Standardabweichungen zwischen ca. 10% und 25% entsprechen den durch die DIN 53019 Teil 2 ermittelten Standardabweichungen der Geräte (Platten- oder Zylindergeometrie), wobei die Messungen bei hohen Scherraten bzw. an vorgescherten Proben eine niedrigere Vergleichsstandardabweichung aufweisen.

Drei von den fünf Messwerten der DGK-Methode liegen vergleichbar. Von den beiden abweichenden Messwerten liegt der eine deutlich niedriger, der andere deutlich höher, vgl. Tabelle 8. Die Rohdaten der Teilnehmer der DGK Methode wurden überprüft und konnten keine Begründung für die abweichenden Messergebnisse liefern.

Beide Viskositätsbestimmungen (nach DIN und nach DGK) wurden gewertet.

Der Fließpunkt der DGK Methode ist die mathematisch auf eine Scherrate von 0 extrapolierte Schubspannung. Er kann als die zum Fließen notwendige Anfangskraft interpretiert werden. Die Interpretation des Ergebnisses ist schwierig, weil die Qualität der Rohdaten der Fachgruppe nicht bekannt ist.

Der Fließpunkt wurde gewertet.

Die grundsätzlichen Voraussetzungen für reproduzierbare Messwerte sind zum Beispiel ein kalibriertes Messsystem, die Einhaltung der vorgegebenen Temperatur, das richtige (u.a. luftblasenfreie) Befüllen und Trimmen. Darüber hinaus sind für untereinander vergleichbare Messwerte die Einhaltung weiterer Bedingungen notwendig (z.B. Schergeschwindigkeit, Probenvorbereitung, etc.). Auf diese Voraussetzungen wird in den DGK Rheologie Grundkursen ausführlich eingegangen.



Bodylotion, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol

Zur Bestimmung des Phenoxyethanol-Gehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in [g/100g] mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter Phenoxyethanol bestimmten 14 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,70 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5,19 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,22 %.

Tabelle 10: Messwerte Phenoxyethanol

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	0,73				0,68	0,71		0,70	0,62*	0,70		
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	0,70		0,70	0,76		0,74	0,69	0,71	0,63*		0,64	

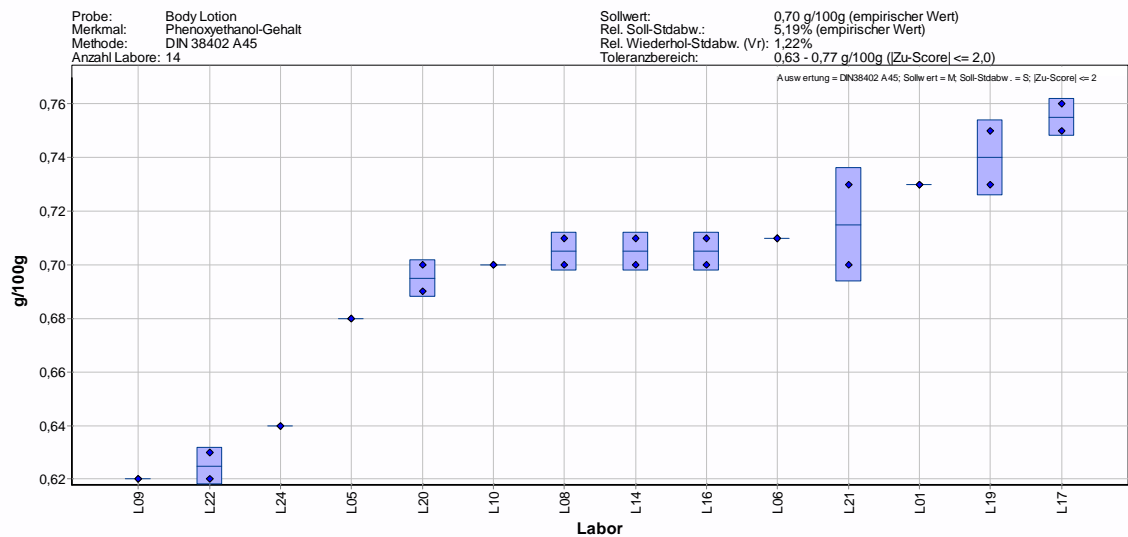


Abbildung 24: Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Messwerte

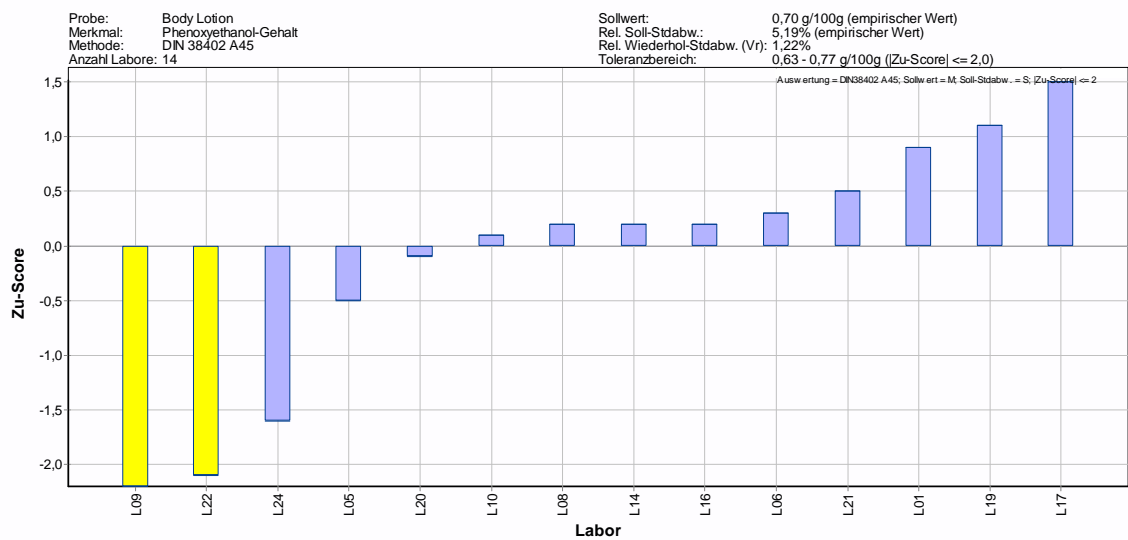


Abbildung 25: Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Bodylotion, Ergebnisübersicht Glycerin

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

Den Parameter Glycerin bestimmten 8 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,04 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,51 %, die rel. Wiederholstand-abweichung 1,11 %.

Tabelle 11: Messwerte Glycerin

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	5,12				5,05	5,27			4,04*			
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	4,96		5,16						4,62		5,04	

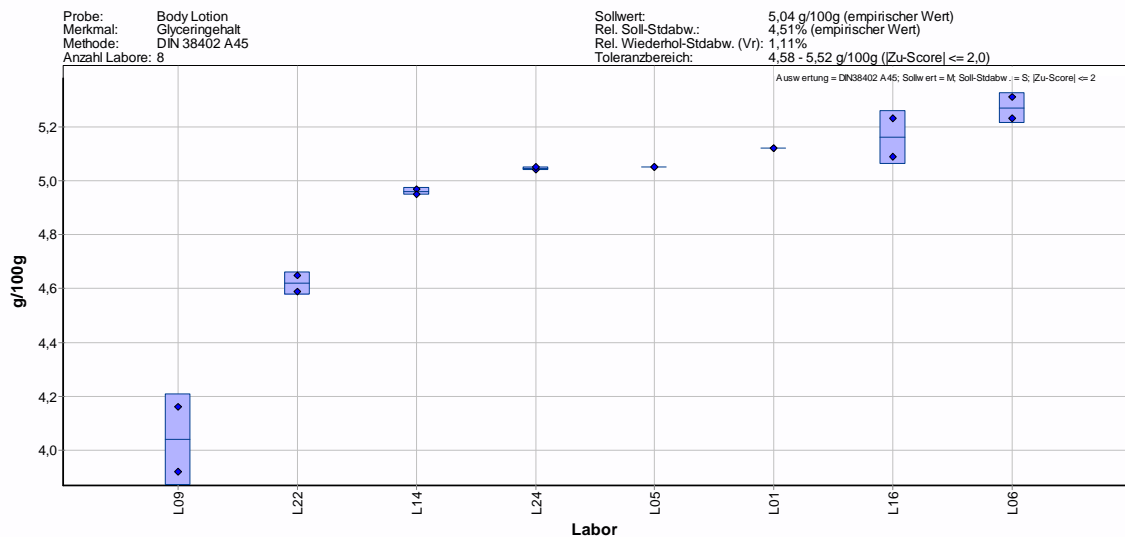


Abbildung 26: Glycerin, Graphische Darstellung der Messwerte

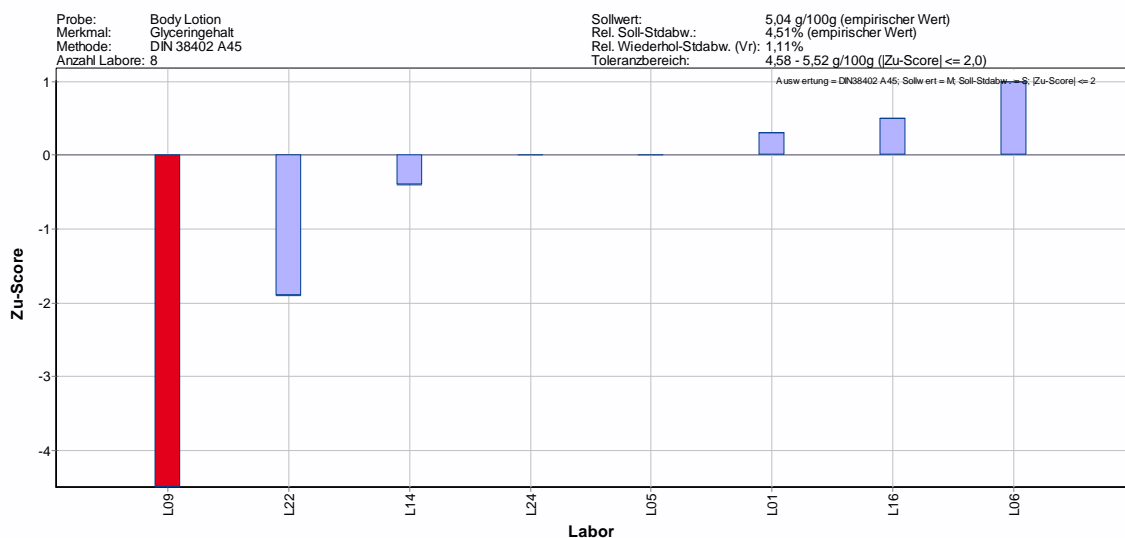


Abbildung 27: Glycerin, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe

Phenoxyethanol

Errechneter Sollwert 0,70 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 5,19 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,22 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 14 Laboratorien teilgenommen, alle 12 waren erfolgreich.

Die Vergleichsstandardabweichung zwischen den Laboren lag im erwarteten Bereich um die 5%.

Glycerin

Errechneter Sollwert 5,04 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,51 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,11 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 8 Laboratorien teilgenommen, 7 waren erfolgreich.

Hier wurde eine in Vergleich mit früheren Ringversuchen zufrieden stellende Vergleichsstandardabweichung von ca. 5% erreicht. Eine Abhängigkeit der Ergebnisse von der verwendeten Methode (GC oder enzymatisch) ist nicht zu erkennen.



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

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

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 22 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 52,1 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,06 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,36 %.

Tabelle 12: Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	52,9	51,5	54,4*	51,5		48,5*	52,3	52,3	52,0	52,0	52,7	52,2
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	53,0	52,8	50,0*	53,1	51,8	51,6	50,8	52,0	52,5	52,0	52,8	

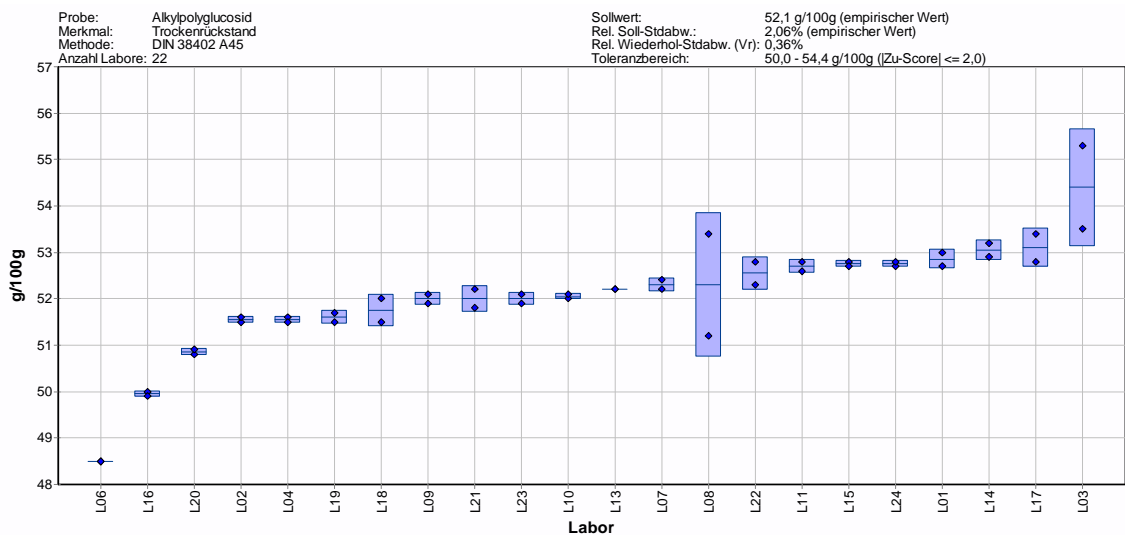


Abbildung 28: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

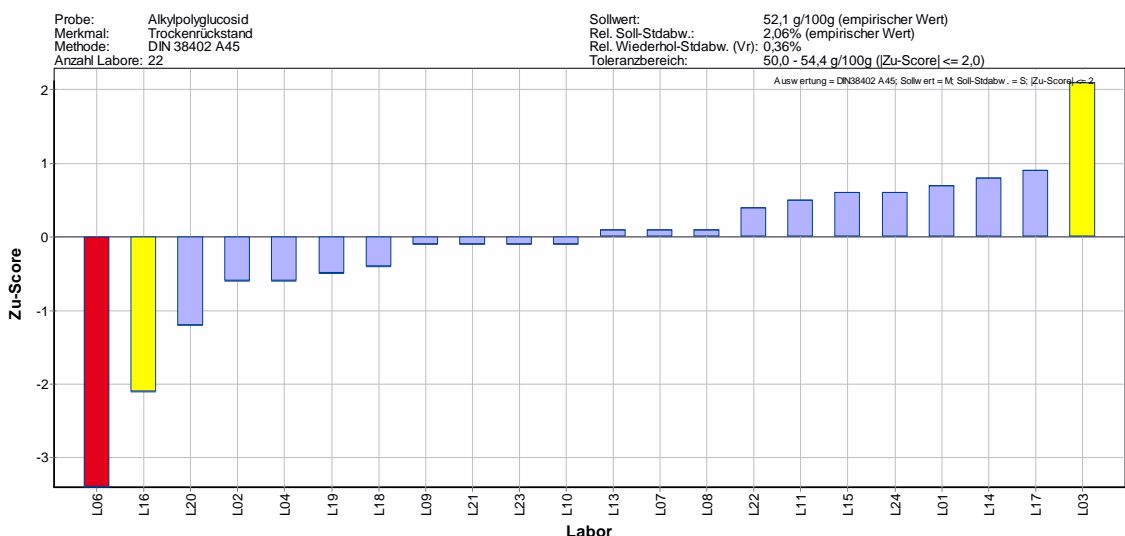


Abbildung 29: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Wassergehalt

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

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 48,6 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,68 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,37 %.

Tabelle 13: Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/100g)	48,1	48,5		48,3	47,9	47,3	48,5	48,8	50,1	49,3		49,8
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/100g)	48,4	48,5	48,3	46,7*	49,5	48,5	49,0	48,0	45,7*	48,7	50,4*	

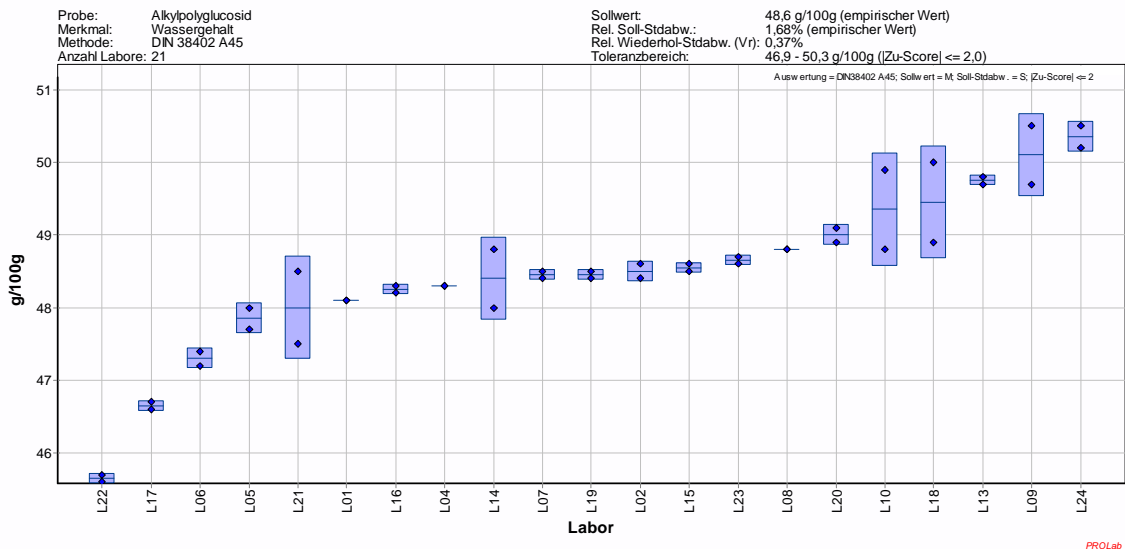


Abbildung 30: Wassergehalt, graphische Darstellung der Messwerte

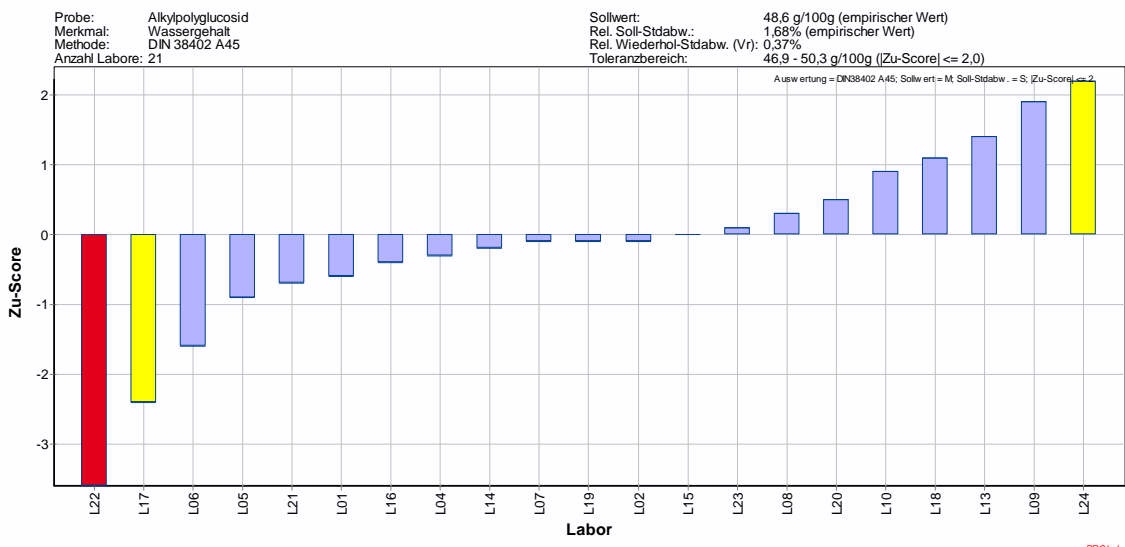


Abbildung 31: Wassergehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 23 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 11,78, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,30 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,25 %.

Tabelle 14: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert	11,77	11,88	11,90	11,73	11,66	11,60	11,90	11,95	11,75	11,63	11,74	11,84
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert	12,04	11,82	11,76	11,75	11,60	11,57	11,84	11,73	11,90	11,98	11,64	

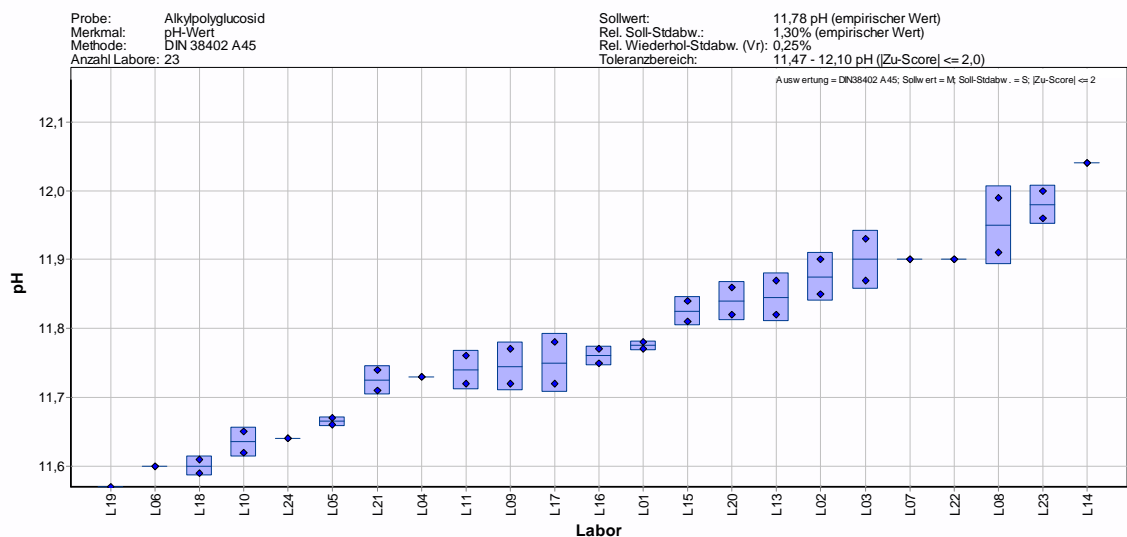


Abbildung 32: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

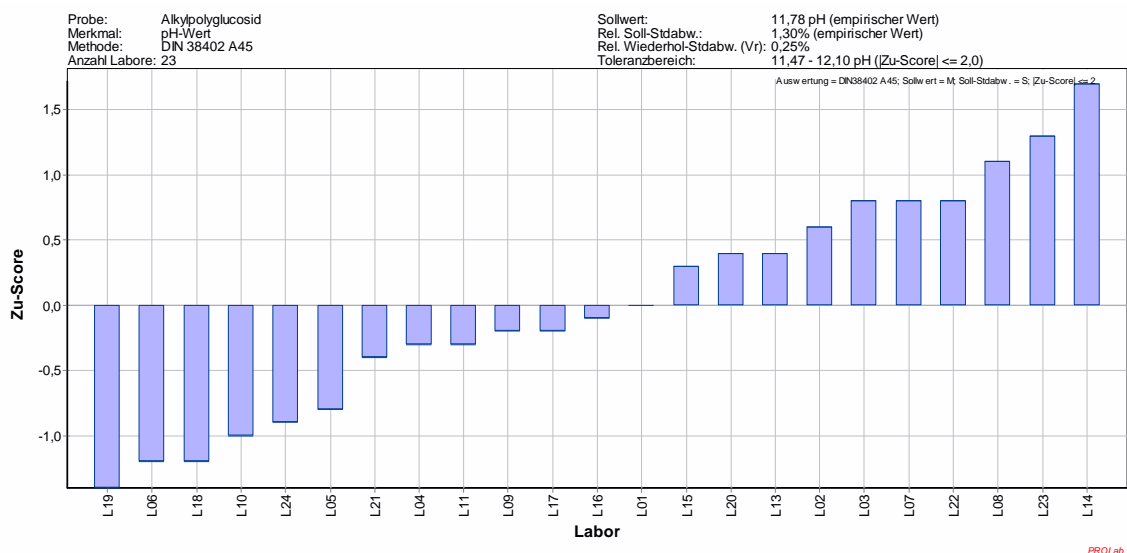


Abbildung 33: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 22 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,1045 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,07 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,02 %.

Tabelle 15: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (g/mL)	1,1046	1,1050	1,1045		1,1048	1,1042	1,1041	1,1048	1,1011*	1,0795*	1,1046	1,1044
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (g/mL)	1,1039	1,1042	1,1034	1,1049	1,1044	1,0985*	1,1054	1,1044	1,1042	1,1050	1,1052	

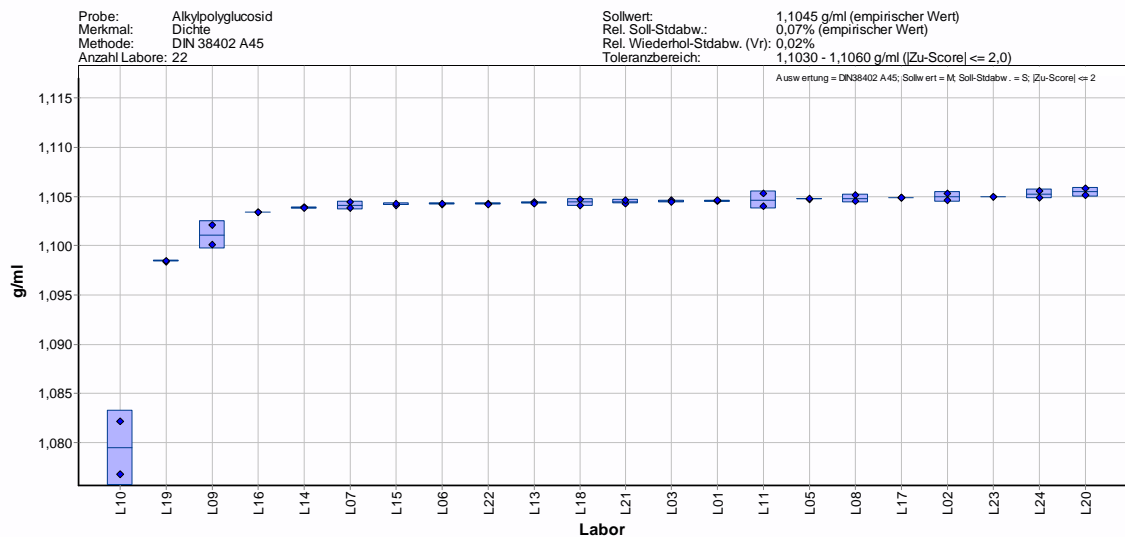


Abbildung 34: Dichte, Graphische Darstellung der Messwerte

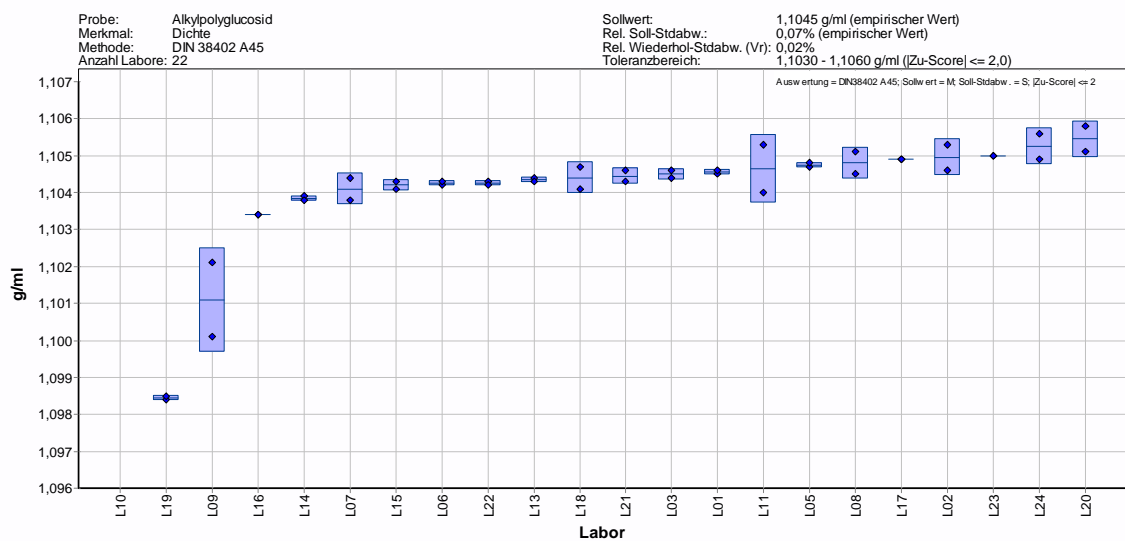


Abbildung 35: Dichte, Graphische Darstellung der Messwerte ohne Labor 10.

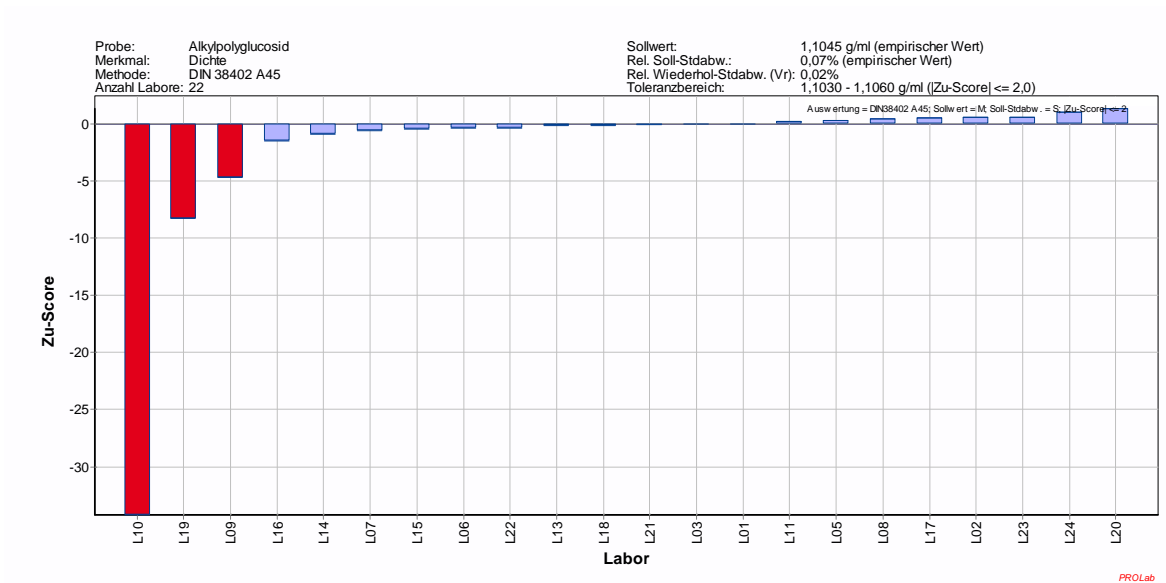


Abbildung 36: Dichte, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Brechungsindex

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

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,416, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,05 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,03 %.

Tabelle 16: Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert	1,416	1,416	1,416		1,416		1,416	1,415	1,416	1,416	1,417	1,416
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert	1,416	1,416	1,416	1,416	1,147*		1,415	1,417	1,416	1,416	1,416	

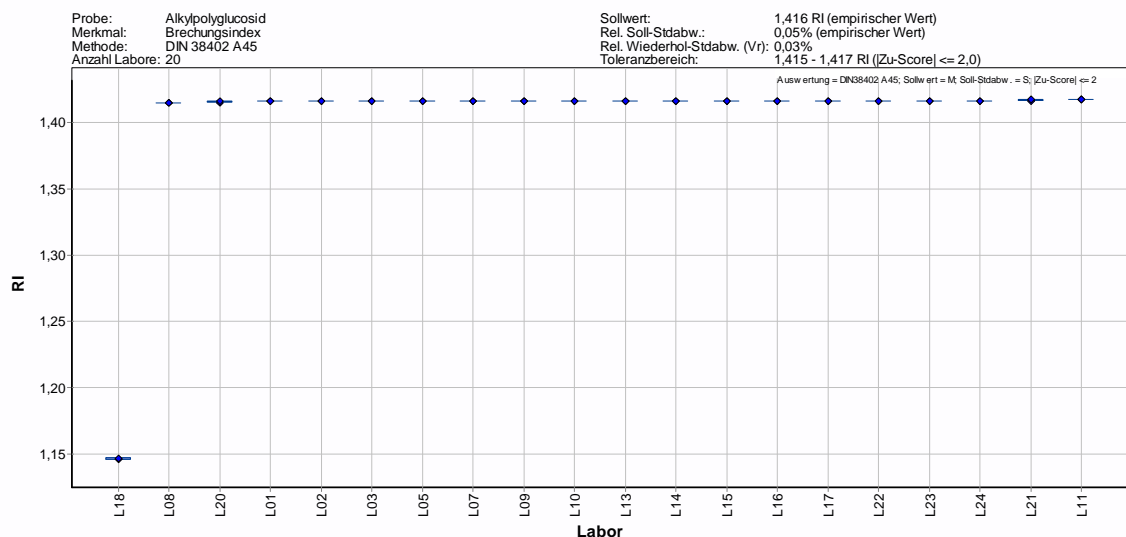


Abbildung 37: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

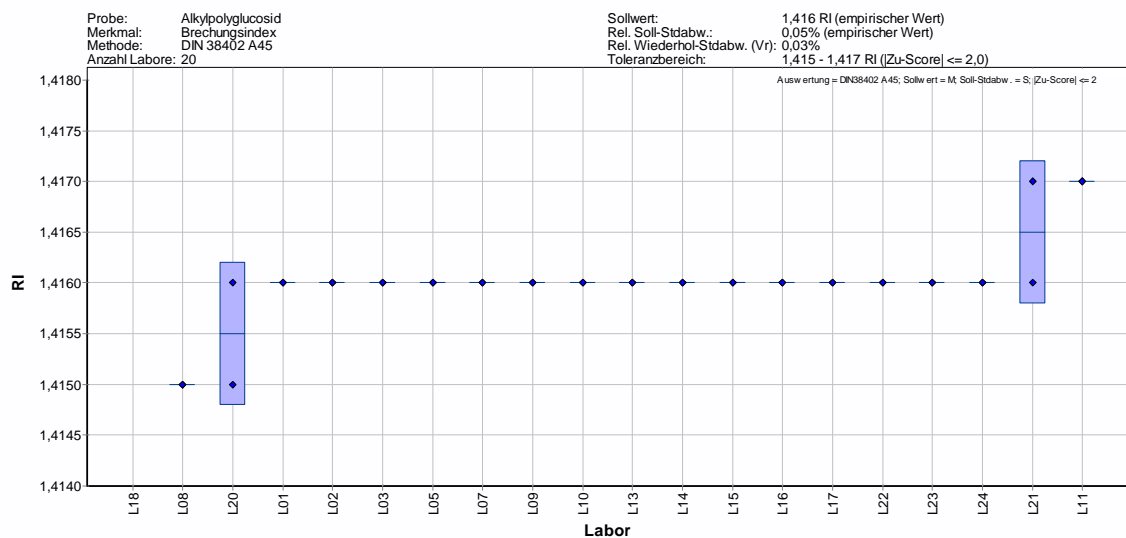


Abbildung 38: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte ohne Labor 18

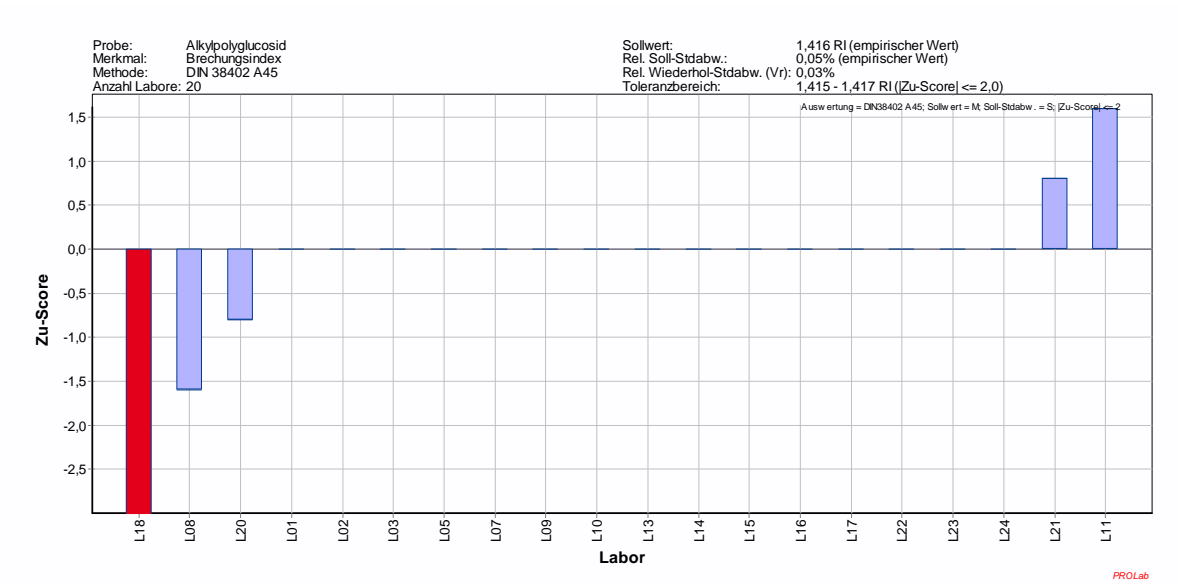


Abbildung 39: Brechungsindex, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer. Der Zu-Score von Labor 18 (-19) ist nicht dargestellt.



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)

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

Den Parameter Hazen Farbzahl bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 263 mgPt/L, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 70,49 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,76 %.

Tabelle 17: Messwerte Hazen Farbzahl (APHA)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Messwert (mgPt/L)	54	333	185		765	148			150			285
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Messwert (mgPt/L)				154	522				132	248	295	372

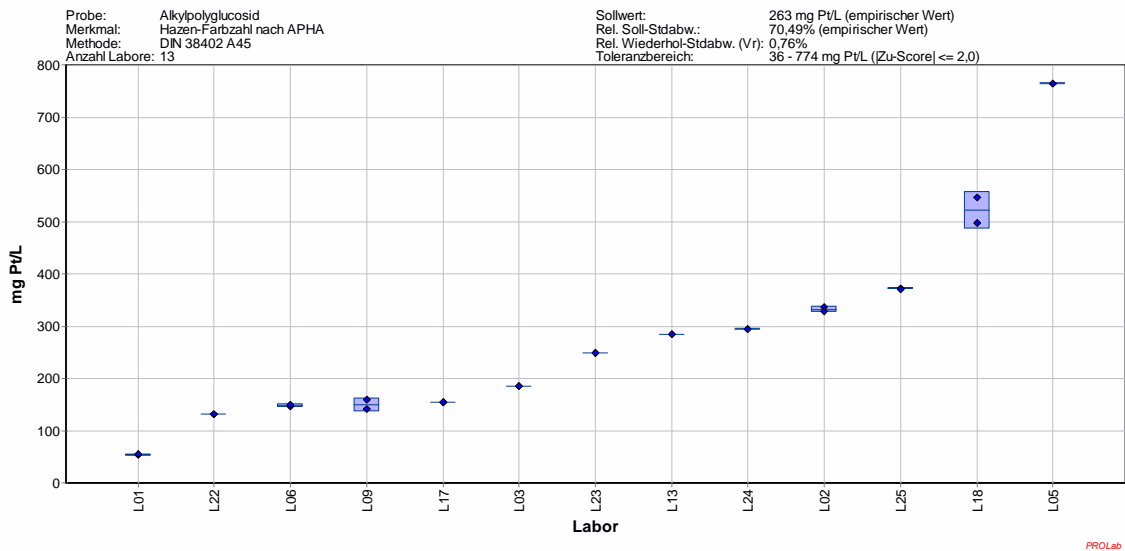


Abbildung 40: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Messwerte

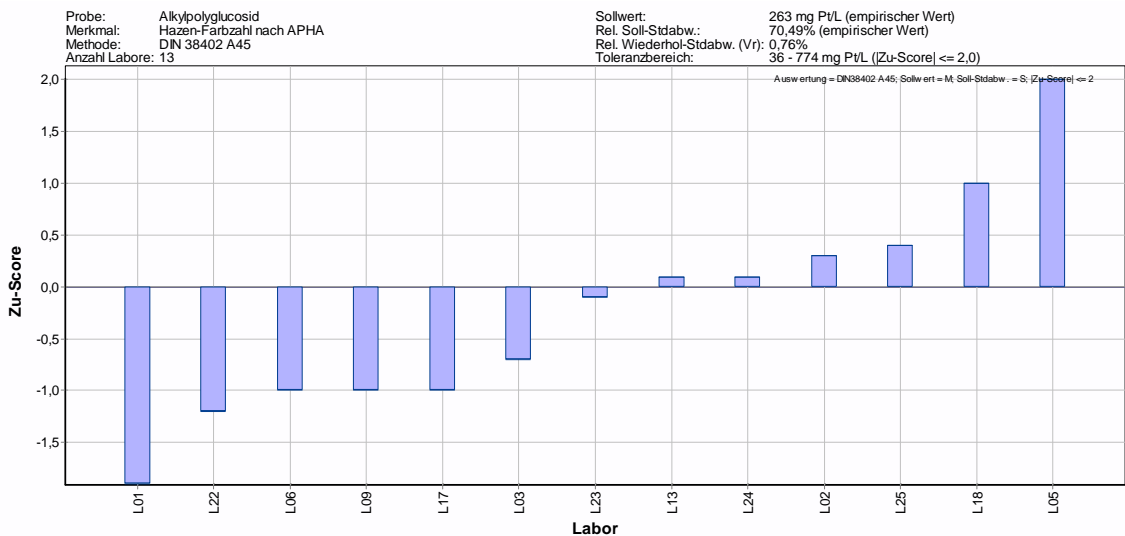


Abbildung 41: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Alkylpolyglucosid, Ergebnisübersicht Rheologie

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität bei 20°C in mPas. Die Messungen konnten nach DIN 53019 oder nach der neu entwickelten DGK-Methode erfolgen. Zur DIN Messung war vorgegeben, dass Messungen im dynamischen Fließgleichgewicht (abzulesen nach 2 Minuten) bei Scherraten von 10s^{-1} , 50s^{-1} und wieder 10s^{-1} durchzuführen sind. Alle Messungen sollten bei 20°C durchgeführt werden.

Teilgenommen am Rheologie Ringversuch haben 6 Labore.

Die Messungen nach DIN wurden sowohl mit koaxialen Zylinder-, Kegel/Platte- als auch mit Platte/Platte- Messgeometrien durchgeführt. Aus diesen Messergebnissen wurden die entsprechenden Mittelwerte berechnet.



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 4293 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 13,00 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,10 %.

Tabelle 18: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	4455									4209	3910	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							5020				4278	3885

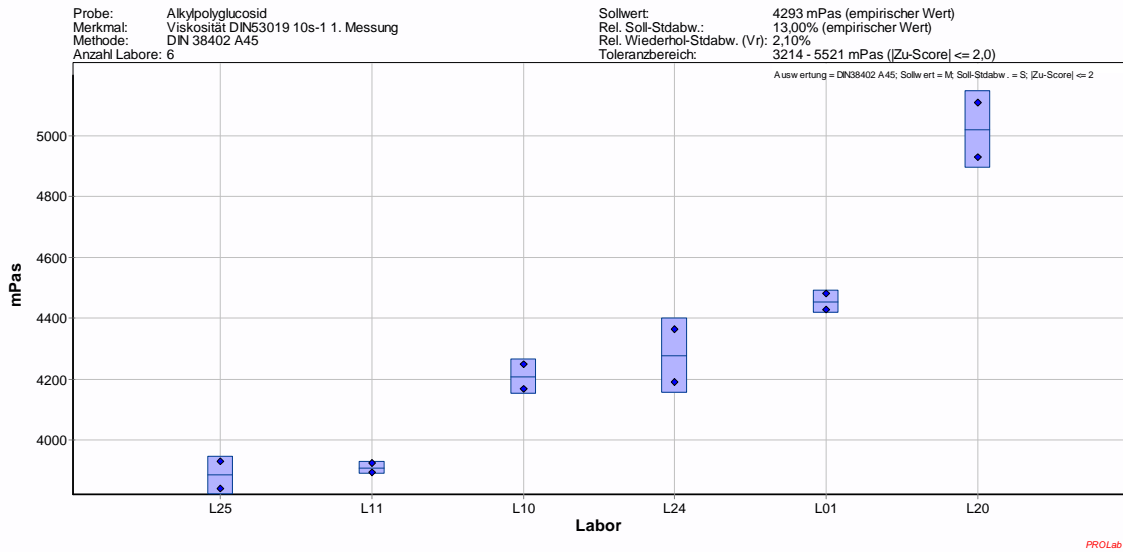


Abbildung 42: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

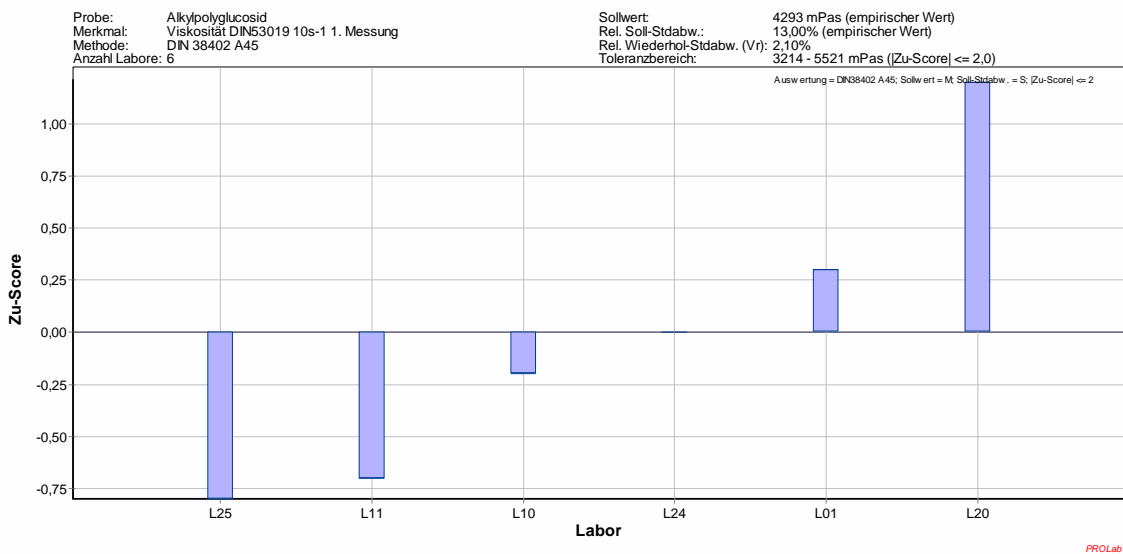


Abbildung 43: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 4213 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 12,19 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,91 %.

Tabelle 19: Messwerte Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	4404									4127	3859	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							4800				4198	3890

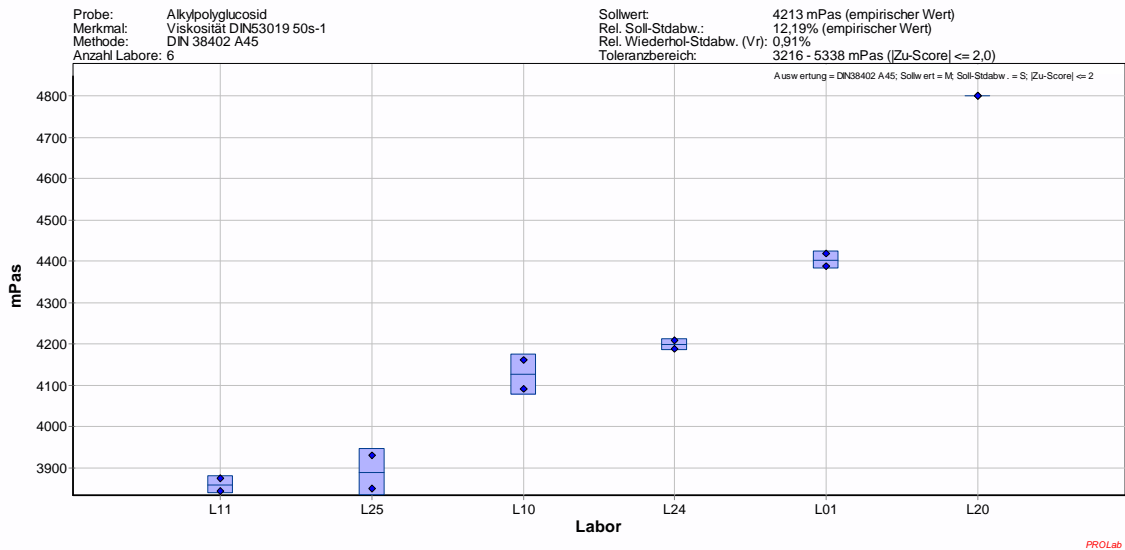


Abbildung 44: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

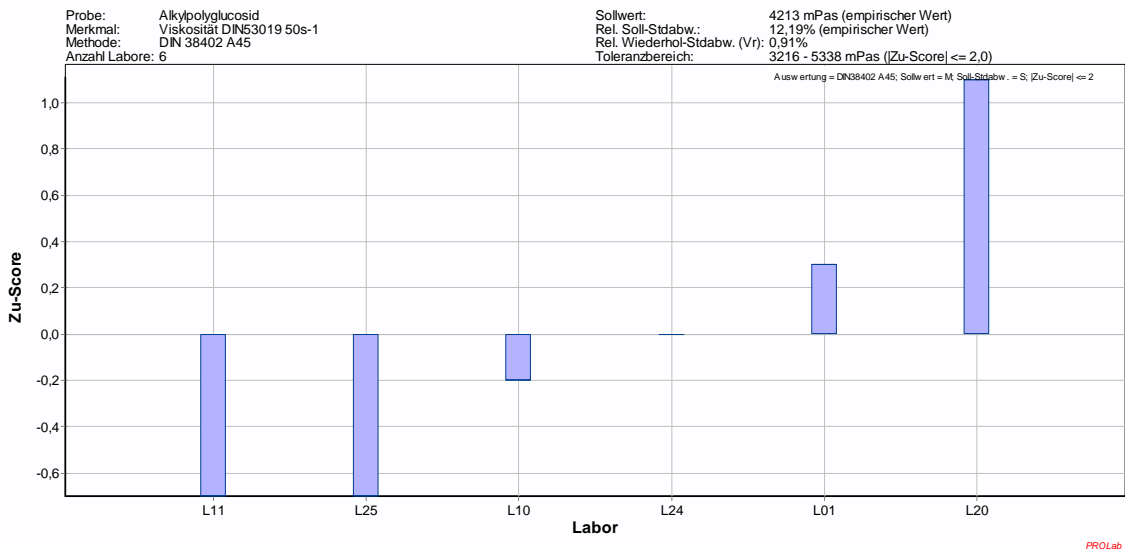


Abbildung 45: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 4254 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 8,68 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,87 %.

Tabelle 20: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	13
Viskosität (mPas)	4443									4151	3925	
Labor-Nr.	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Viskosität (mPas)							4620				4384	4000

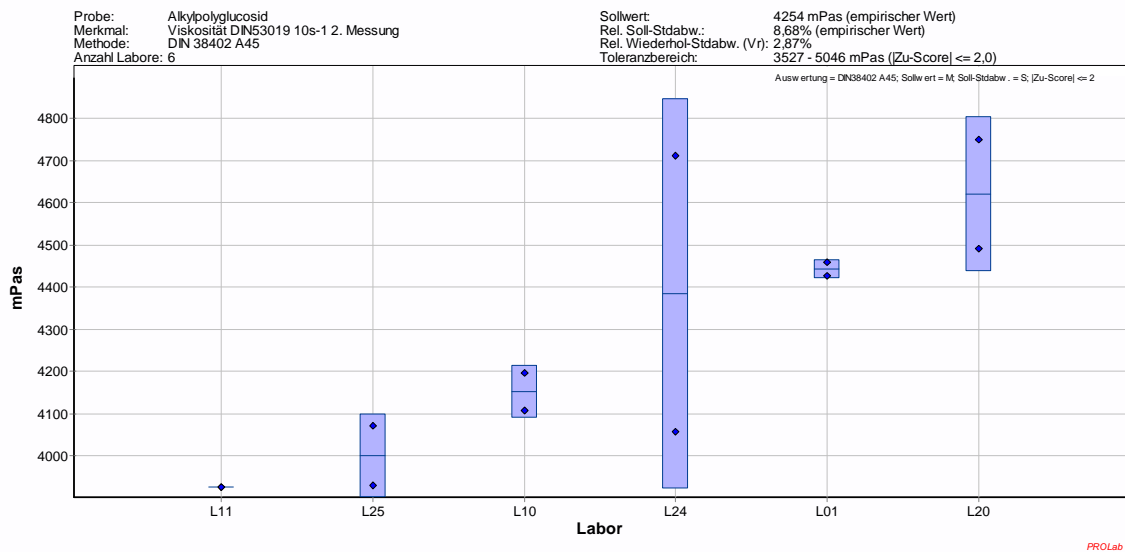


Abbildung 46: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

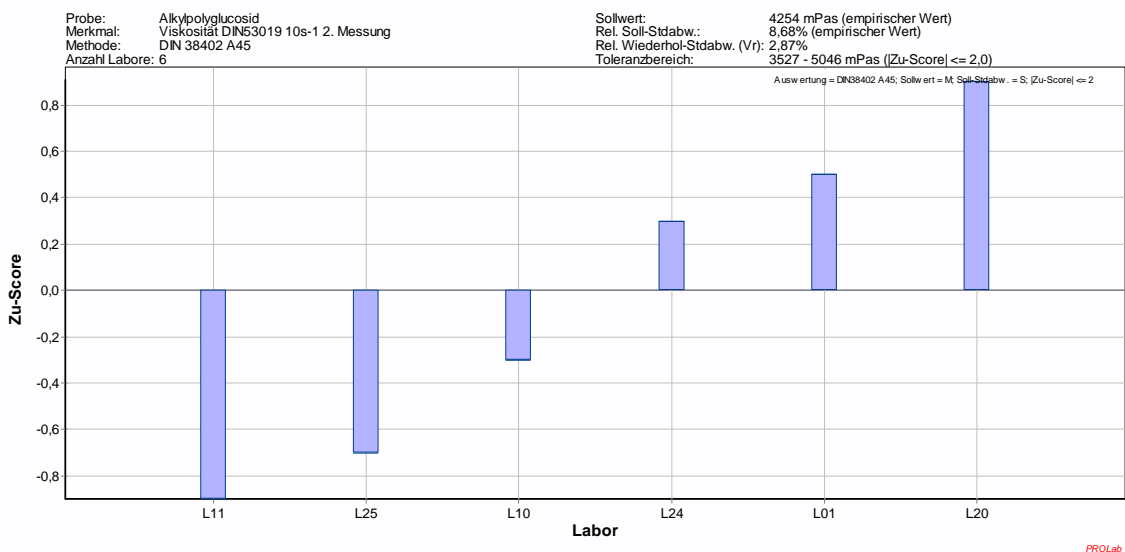


Abbildung 47: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Es gilt hier prinzipiell das bei der Rheologie der Bodylotion gesagte. Die Vergleichsstandardabweichungen liegen zwischen ca. 9% und 13%. Für eine rheologische Messung sind dies sehr gute Werte.

Kommentar der Fachgruppe zur Alkylpolyglucosid-Analytik.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 52,1 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,06 %. Wiederholstandardabweichung 0,36 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 22 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Die Vergleichsstandardabweichung liegt in dem für diesen Parameter erwarteten Bereich von ca. 2%, bei dieser Probe sind keine Störungen durch Wirkstoffe zu erwarten. Vermutlich aus diesem Grund liegen die Bestimmungen im Trockenschrank innerhalb der Streubreite der Messungen mittels IR-Trockner. Die Labore 03 und 08 sollten aufgrund der schlechten Wiederholbarkeit ihre Methode überprüfen.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 48,6 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,68 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,37 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 21 Laboratorien teilgenommen, 18 waren erfolgreich

Die Vergleichsstandardabweichung von unter 2% entspricht den Erwartungen der Fachgruppe an diese „unproblematische“ Probe. Auch Labor 19, das den Wassergehalt als Differenz zum Trockenrückstand angibt, liegt hier im Bereich der „richtigen“ Werte.

pH-Wert

Errechneter Sollwert 11,78; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,30 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,25 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 23 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich

Diese Probe hatte einen pH-Wert von ca. 11,8, er liegt somit am oberen Messbereich laborüblicher pH-Meter. Dies erklärt auch den recht großen Schwankungsbereich der Messwerte von 0,6. Generell sollte ein pH Meter entweder im sauren oder im alkalischen Bereich kalibriert werden, um die Genauigkeit zu verbessern (evtl. zwei Geräte verwenden). Die Fachgruppe empfiehlt im alkalischen Bereich besondere Sorgfalt bei der Kalibrierung, da Kalibrierlösungen durch CO₂-Eintrag aus der Umgebungsluft schnell unbrauchbar werden (Absenkung des pH-Wertes).

Dichte

Errechneter Sollwert 1,1045 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,07 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,02 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 22 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Auch hier zeigt sich die Überlegenheit des Biegeschwingers gegenüber dem Pyknometer (Labor 19) oder gar einer Spritze/Waage (Labor 10). Die hier geforderten 4 Nachkommastellen können hier systembedingt nicht erreicht werden, somit müssen diese Methoden als ungeeignet bezeichnet werden.

Die Dichte kann mittels Biegeschwängern sehr genau bestimmt werden, diese Methode verwendeten die meisten Teilnehmer. Labor 10 hat eine Spritze zur Dichtebestimmung verwendet. Das von Labor 19 verwendete Pyknometer zeigt eine zu kleine Dichte, was möglicherweise auf eine nicht luftblasenfreie Befüllung hindeutet. Die Fachgruppe empfiehlt, aufgrund der inhärenten Ungenauigkeit bei geforderten 4 Nachkommastellen kein Pyknometer oder Spritze zu verwenden.



Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,416; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,05 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,03 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Insgesamt konnte dieser Parameter mit einer sehr guten Vergleichsstandardabweichung bestimmt werden. Labor 18 hat hier einen deutlich zu niedrigen Wert, vermutlich liegt hier ein „Zahlendreher“ vor (Messwert außerhalb des physikalisch-sinnvollen Bereichs). Auch hier weist die Fachgruppe auf die Notwendigkeit des genauen Arbeitens hin.

Hazen Farbzahl (APHA)

Errechneter Sollwert 263 mgPt/L; rel. Vergleichsstandardabweichung 70,49 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,76 %.

Das Muster zeigte eine leichte Trübung, so dass eine Farbzahlbestimmung eigentlich nicht sinnvoll möglich war (Probe war zum Zeitpunkt des Versands klar; die Veränderung ist der Fachgruppe nicht erklärbar).

Aus der Trübung resultiert eine extrem hohe Vergleichsstandardabweichung. Sieben Labore haben die Trübung angemerkt, eines (Labor 01) hat die Probe angesäuert, um die Trübung zu entfernen. Dieses Labor erhielt den niedrigsten Messwert. Die enormen Schwankungen der Werte führen dazu, dass die Auswertung alle Labore mit „bestanden“ bewertet.

Die Fachgruppe möchte explizit positiv hervorheben, dass die Labore 04 und 07 die Trübung erkannt, kommentiert und die Farbzahl deswegen nicht gemessen haben.



Pt/Co Lösung, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)

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

Den Parameter Hazen Farbzahl bestimmten 15 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 20 mgPt/L, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 16,88 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 3,87 %.

Tabelle 21: Messwerte Hazen Farbzahl (APHA)

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

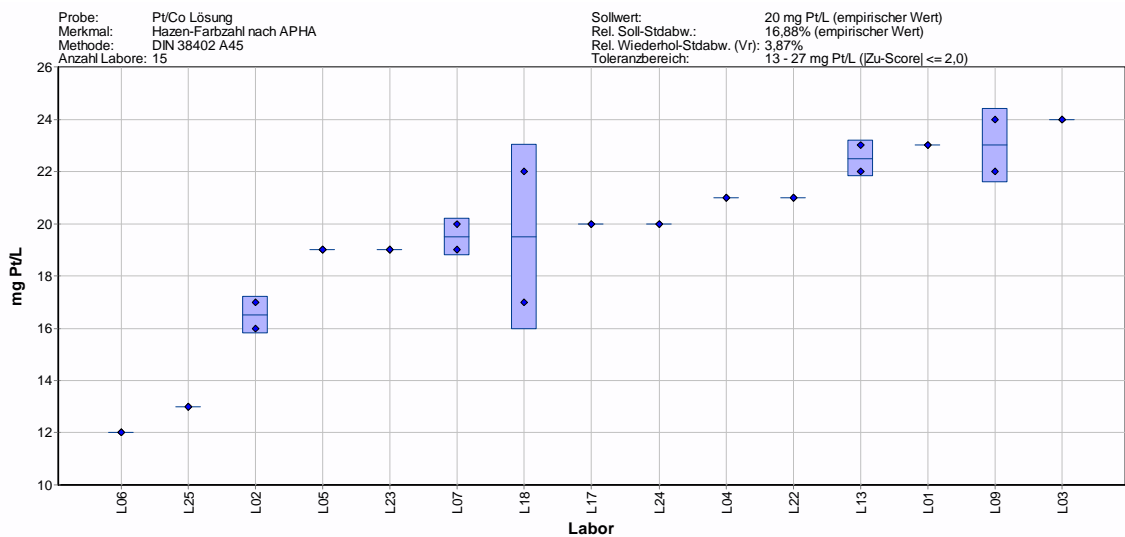


Abbildung 48: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Messwerte

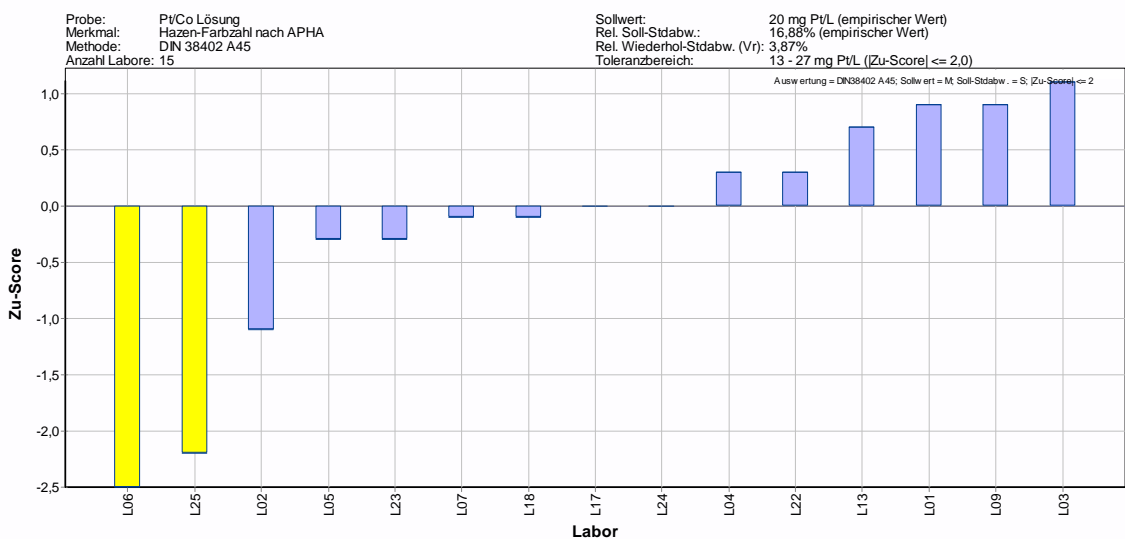


Abbildung 49: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Analytik der Pt/Co Lösung.

Hazen Farbzahl (APHA)

Errechneter Sollwert 20 mgPt/L; rel. Vergleichsstandardabweichung 16,88 %, rel. Wiederholstandardabweichung 3,87 %.

Als Probe wurde hier eine Standardlösung mit 20 mgPt/L verwendet. Dieser Wert wurde als Sollwert exakt erreicht. Allerdings liegen die erzielten Messwerte in einem für einen Standard viel zu großen Schwankungsbereich von ca. 12 - 24. Nicht bestanden haben hier die Labore 06 und 25.



Zusammenfassung / Schlussfolgerungen

Die Fachgruppe Analytik konnte die Erfahrungen von bisher 12 Ringversuchen in 13 Jahren nutzen.

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

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

Hier einige Beispiele:

- Offensichtliche Inkonsistenzen und physikalisch unmögliche Werte, z.B. ein Brechungsindex von 1,15.
- Verwendung sehr ungenauer Methoden, z.B. Einwegspritzen und Pyknometer zur Dichtebestimmung
- Einsatz anderer als der vorgegebenen Methoden
- Stark streuende Messwerte, die weitab von der mit der verwendeten Methode zu erwartenden Reproduzierbarkeit liegen, siehe z.B. die Kommentare zur Dichte- und pH-Wert-Bestimmung.

Der Ringversuch 2016 ist in Vorbereitung. Für Anregungen, Wünsche und konstruktive Kritik ist die Fachgruppe immer offen. Bitte wenden Sie sich hierfür an die DGK Geschäftsstelle, die die Anregungen an die Fachgruppe weitergeben wird.

Bad Homburg / Düsseldorf

Dezember 2015

Lothar Gehm und Björn Klotz

Anhang

Zusammengefasste Ergebnisse der teilnehmenden Labore

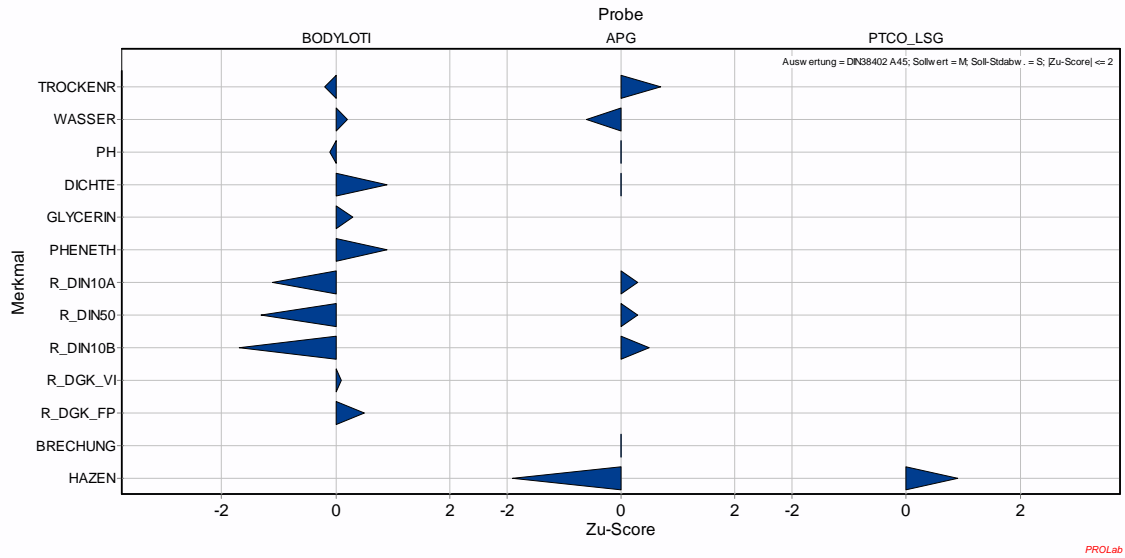


Abbildung 50: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 01 (bestanden)

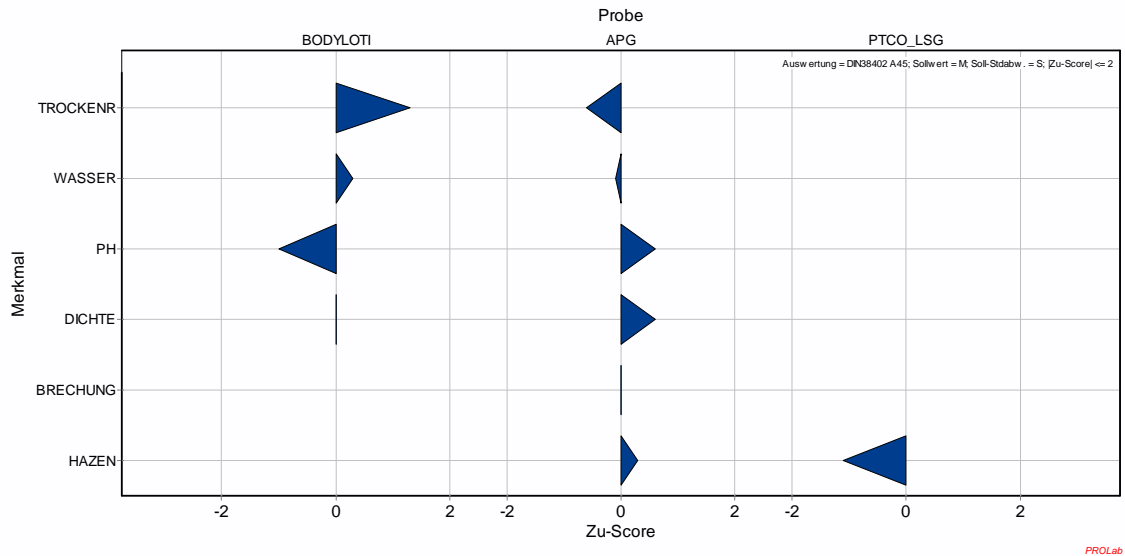


Abbildung 51: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 02 (bestanden)

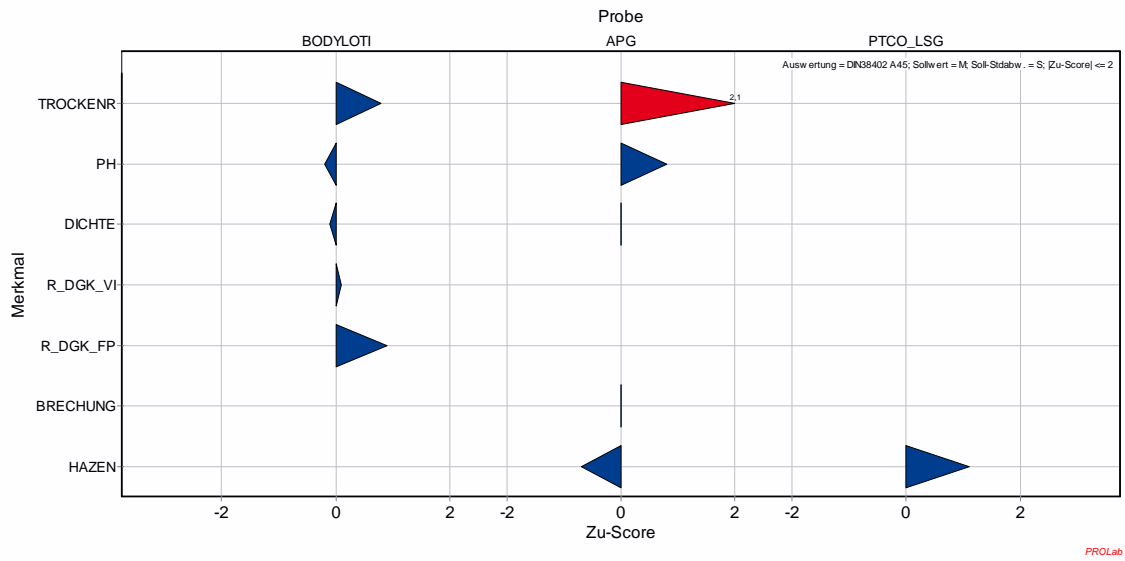


Abbildung 52: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 03 (bestanden)

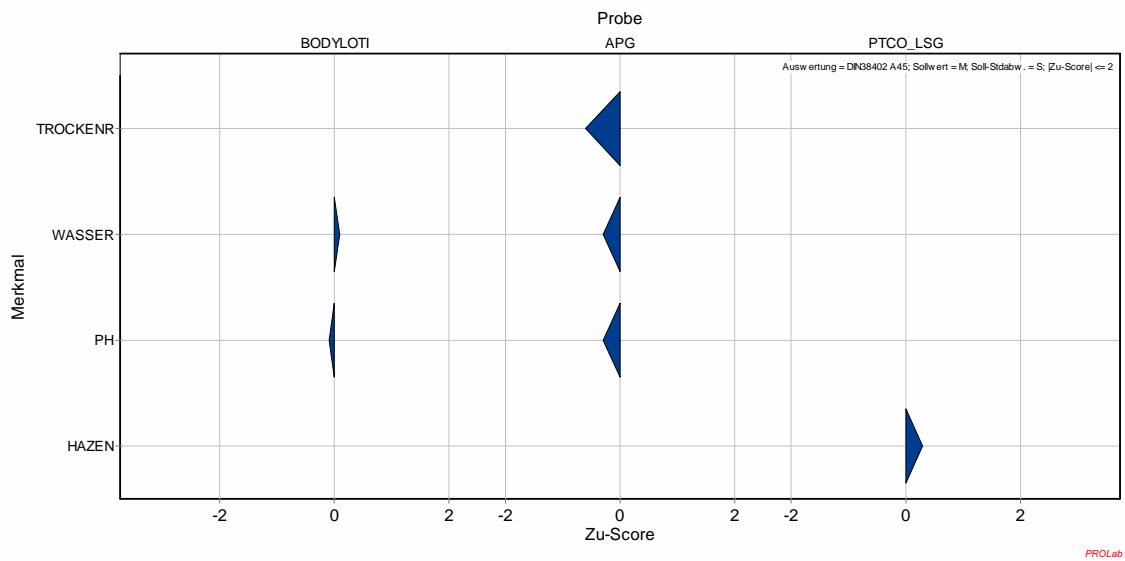


Abbildung 53: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 04 (bestanden)

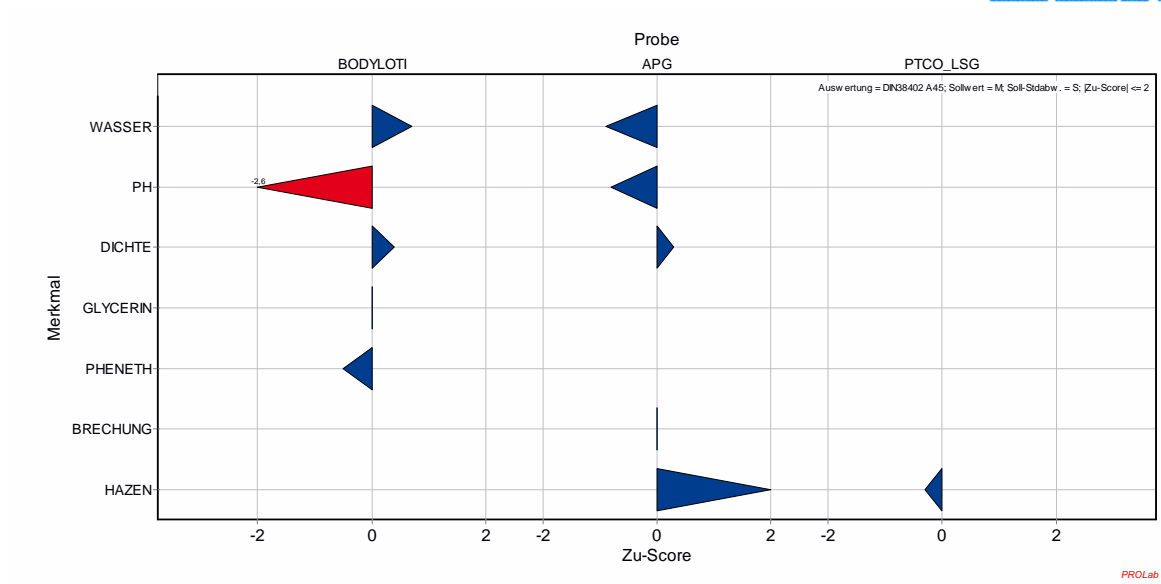


Abbildung 54: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 05 (bestanden)

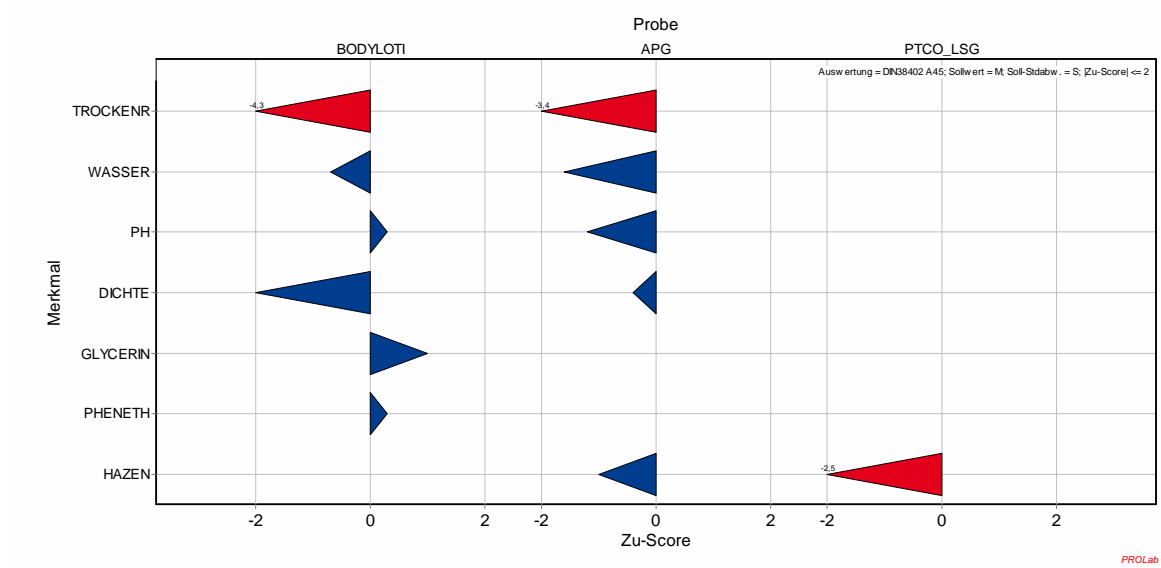


Abbildung 55: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 06 (nicht bestanden)

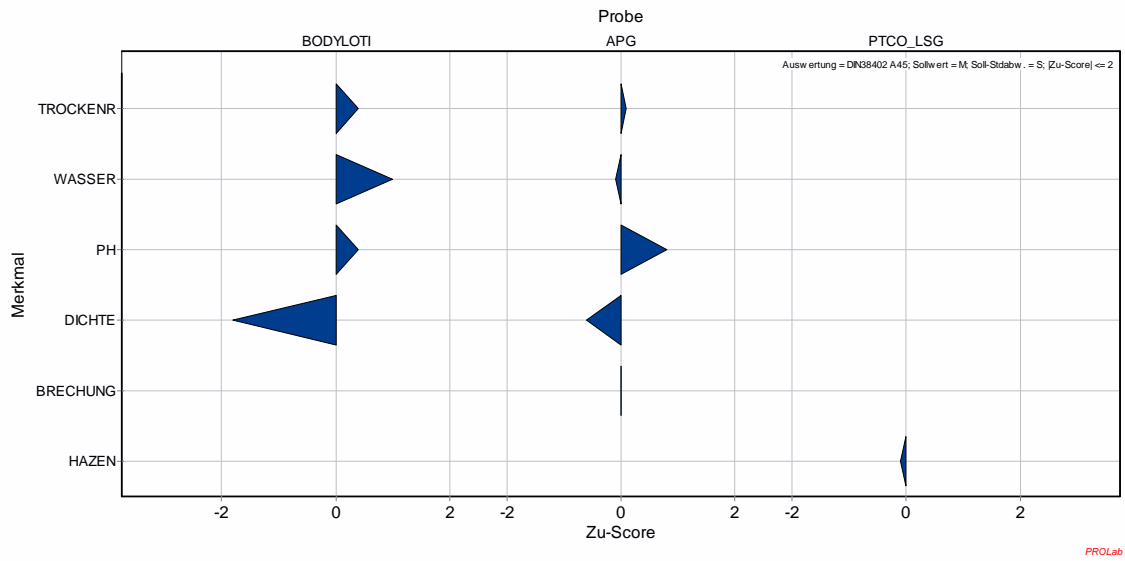


Abbildung 56: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 07 (bestanden)

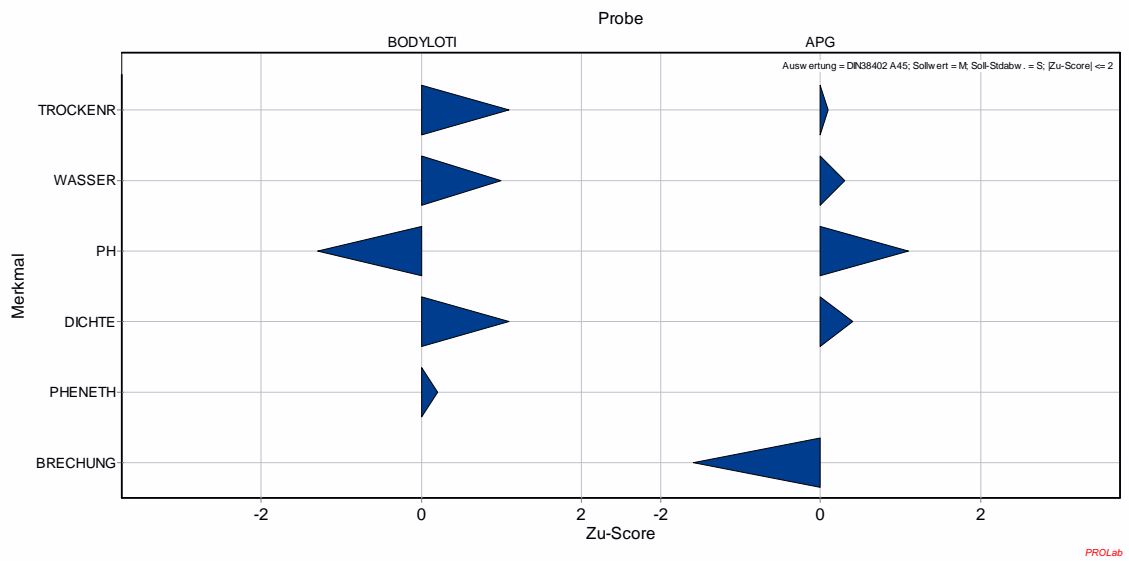


Abbildung 57: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 08 (bestanden)

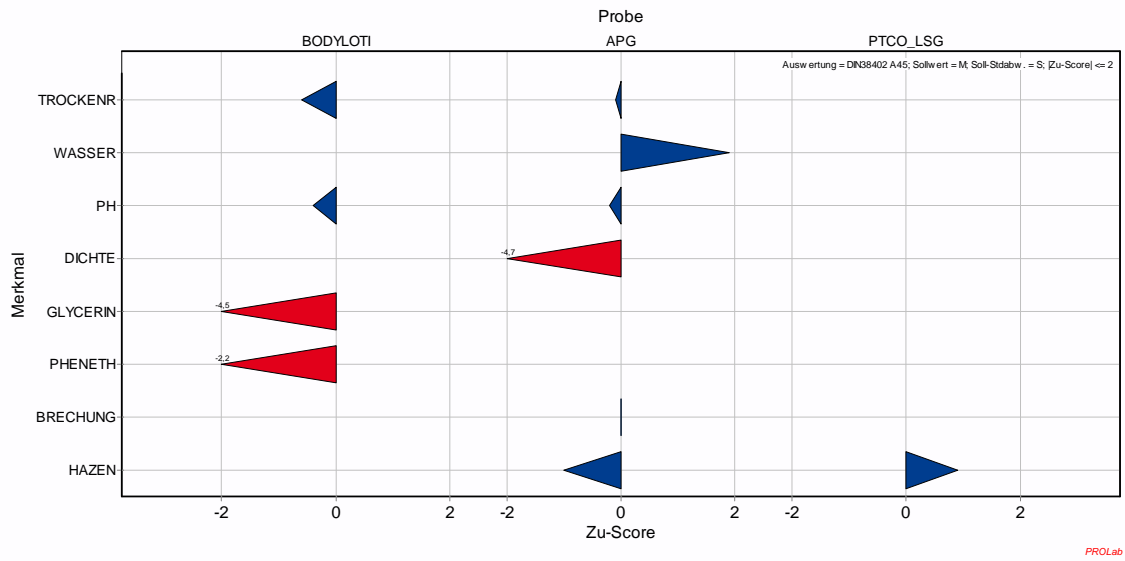


Abbildung 58: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 09 (nicht bestanden)

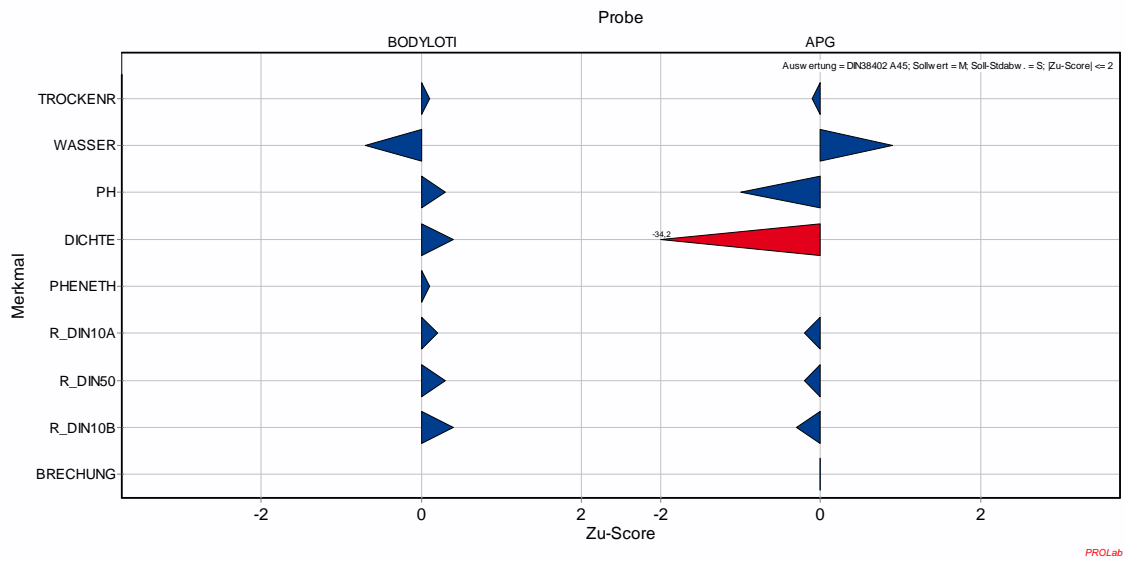


Abbildung 59: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 10 (bestanden)

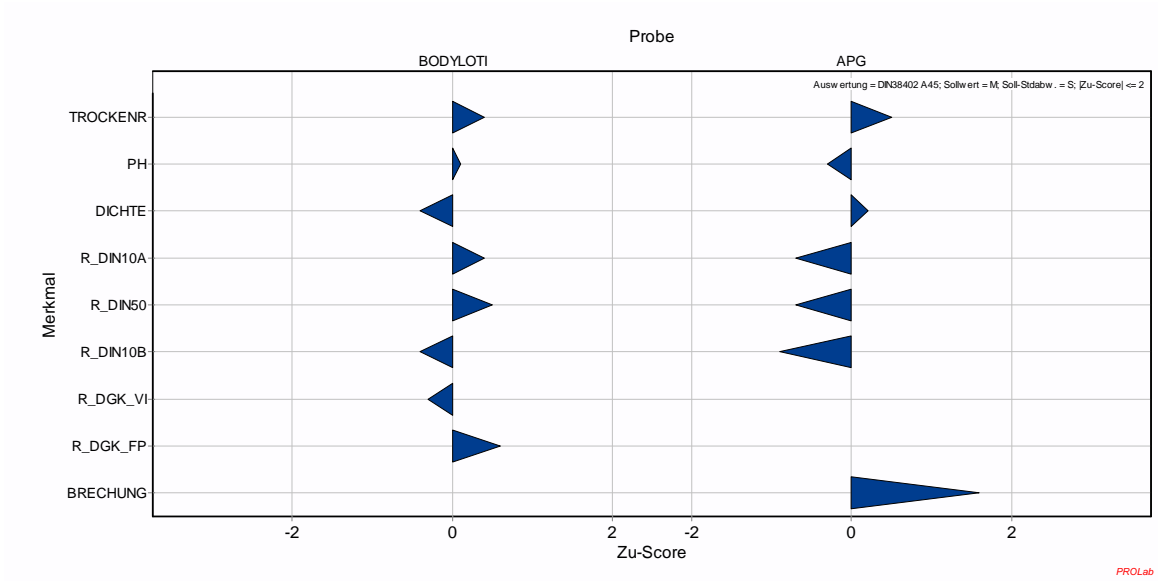


Abbildung 60: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 11 (bestanden)

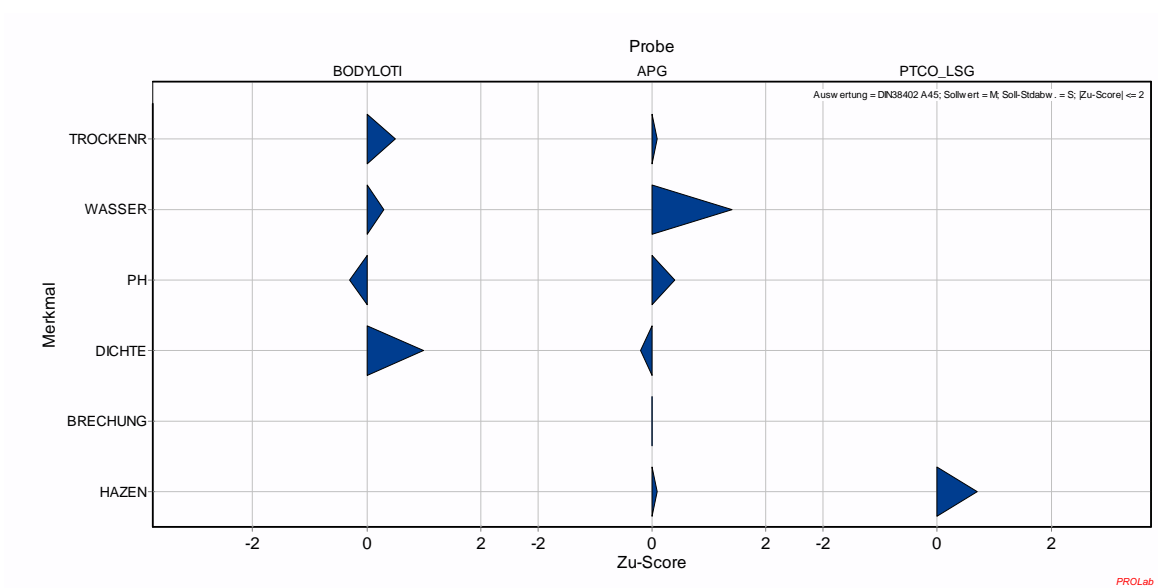


Abbildung 61: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 13 (bestanden)

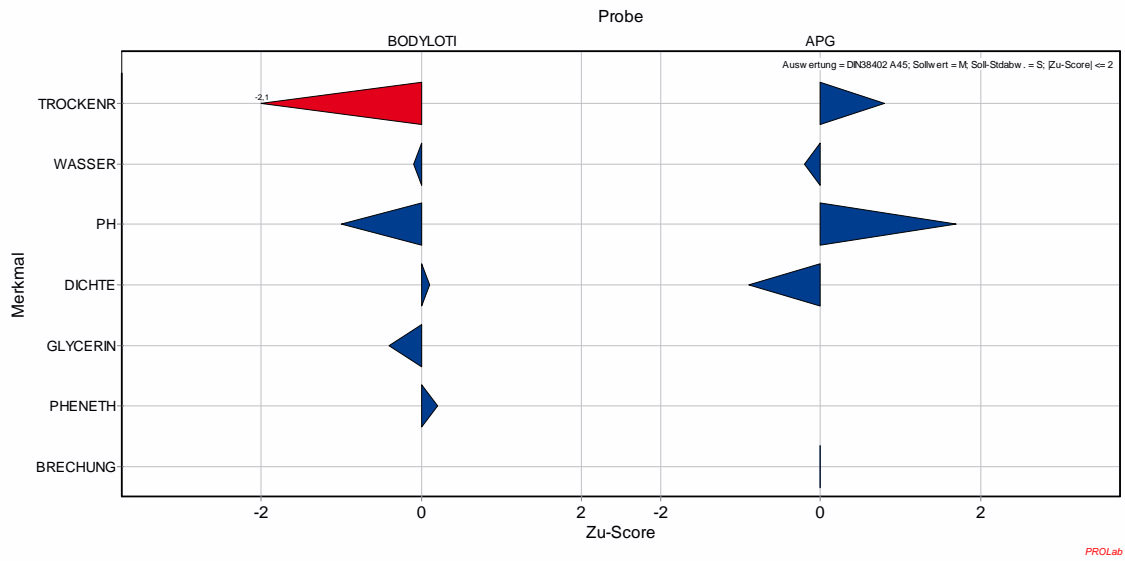


Abbildung 62: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 14 (bestanden)

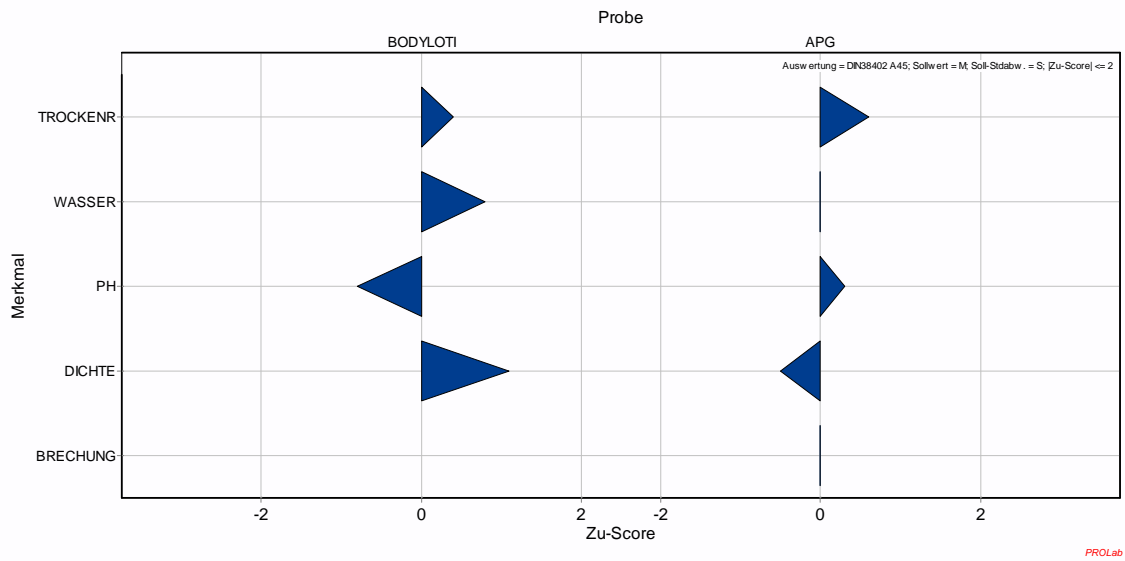


Abbildung 63: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 15 (bestanden)

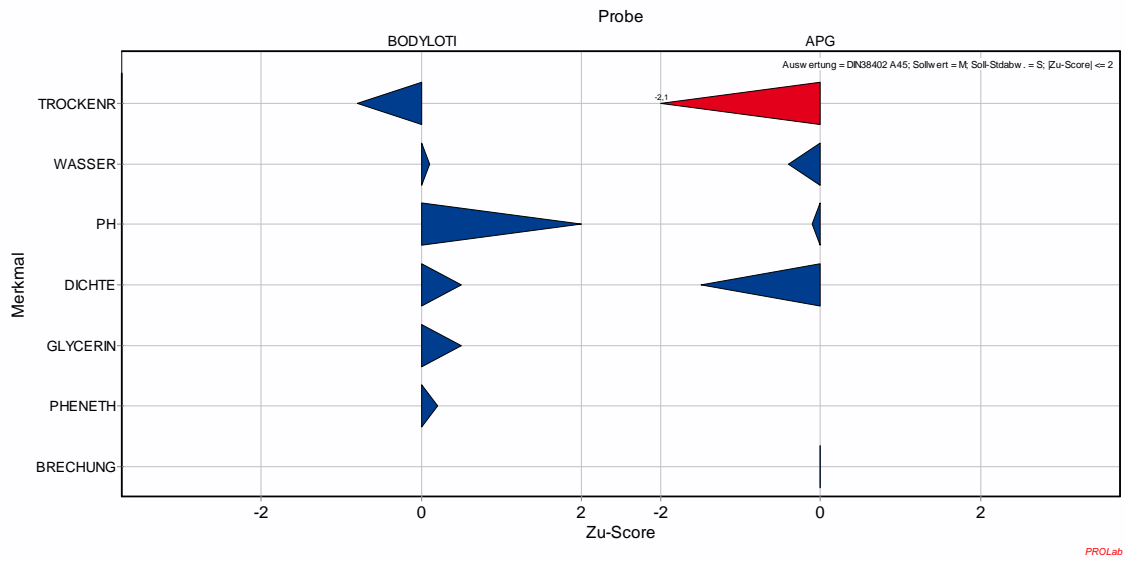


Abbildung 64: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 16 (bestanden)

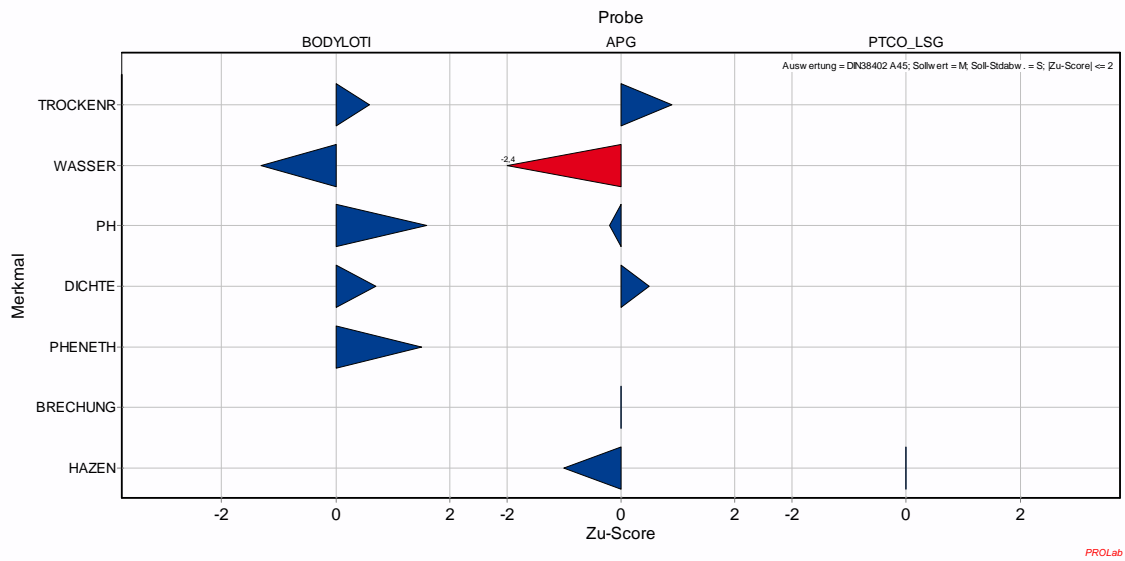


Abbildung 65: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 17 (bestanden)

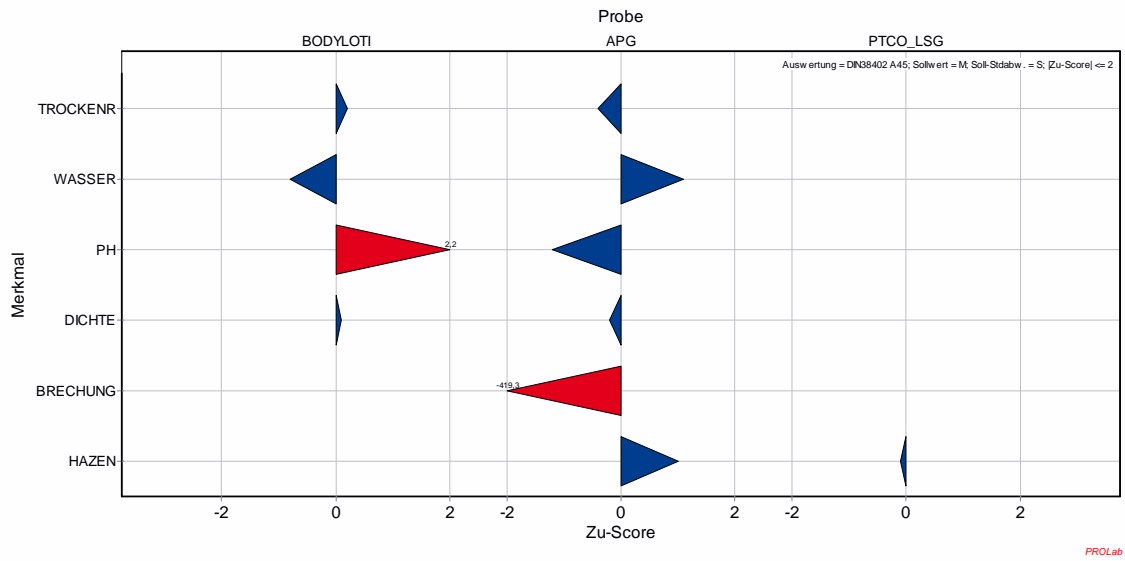


Abbildung 66: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 18 (bestanden)

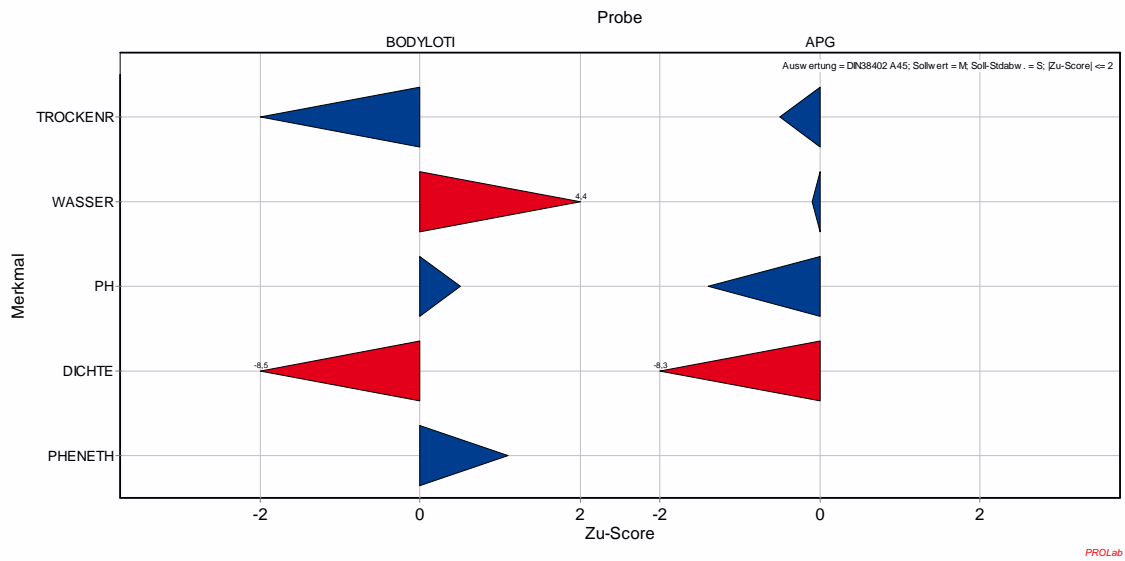


Abbildung 67: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 19 (nicht bestanden)

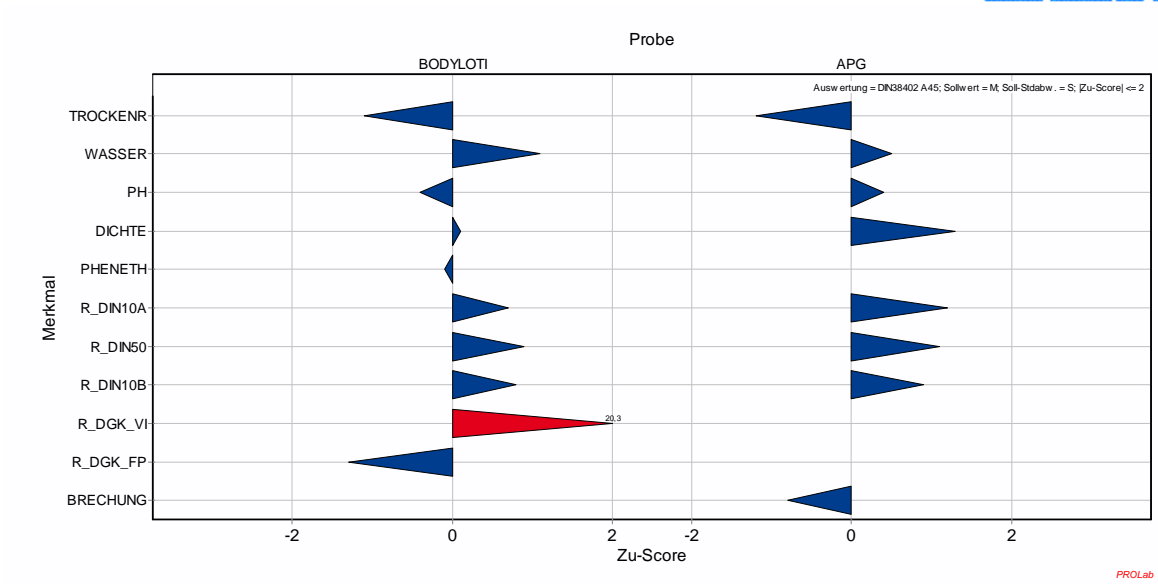


Abbildung 68: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 20 (bestanden)

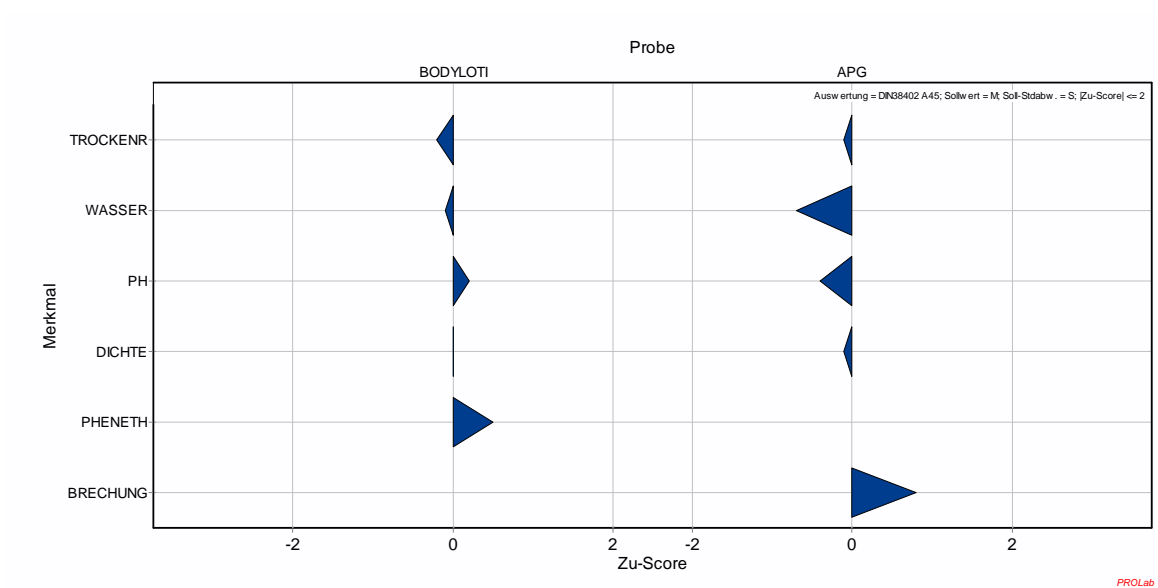


Abbildung 69: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 21 (bestanden)

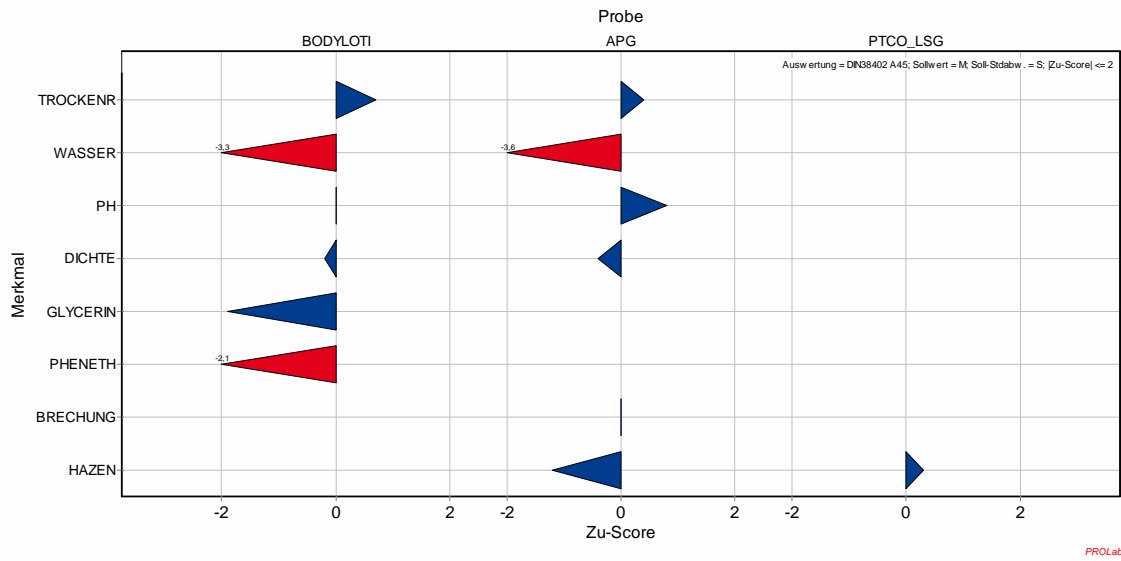


Abbildung 70: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 22 (nicht bestanden)

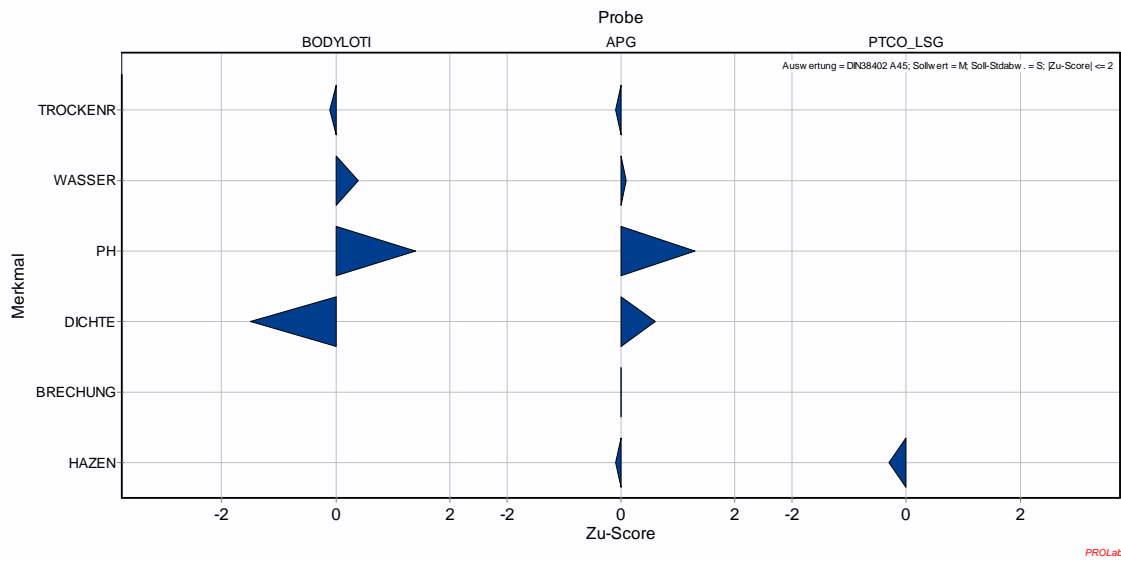


Abbildung 71: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 23 (bestanden)

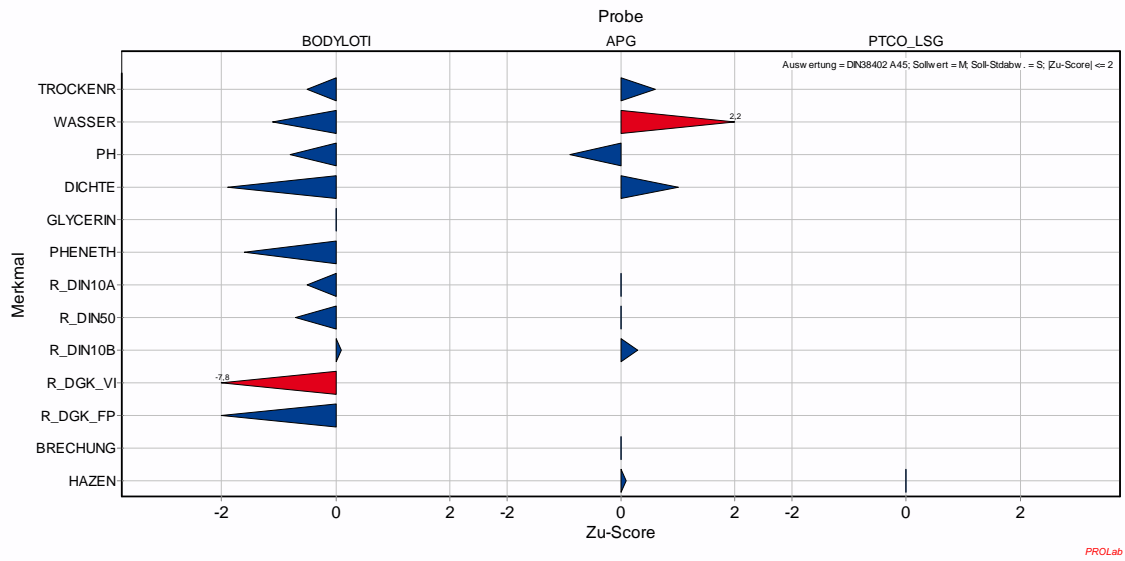


Abbildung 72: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 24 (bestanden)

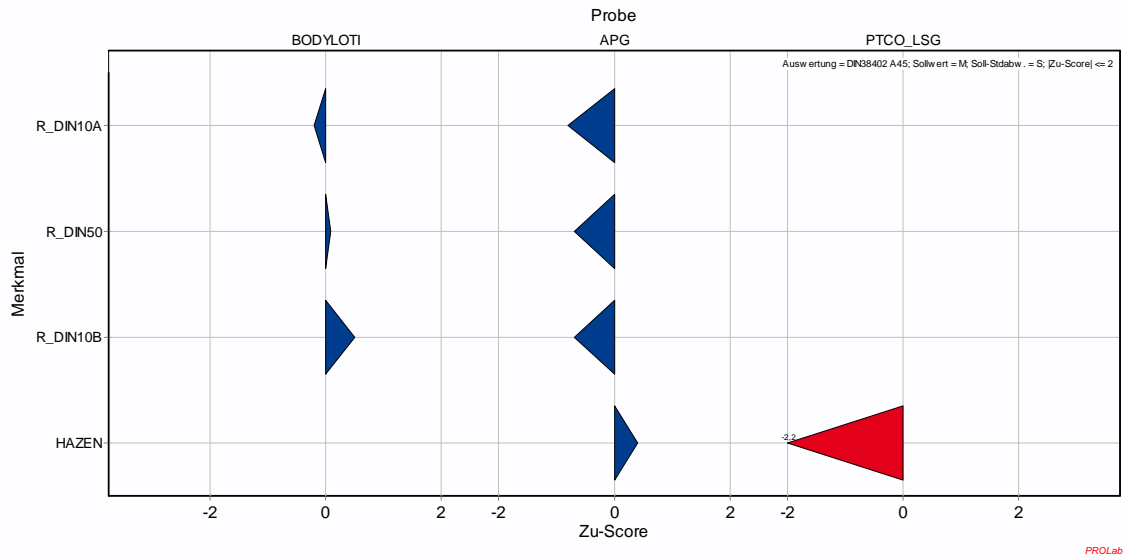


Abbildung 73: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 25 (bestanden)