



Ringversuch 2017

Bestimmung physikalisch-chemischer Parameter in einem Gesichtereiniger und einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Düsseldorf, 26. März 2018



Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	4
Zusammenfassung und Ausblick	6
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	8
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Trockenrückstand.....	9
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Wassergehalt	10
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht pH-Wert	11
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Dichte.....	12
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Brechungsindex	13
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter des Gesichtereinigers.....	14
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Rheologie.....	15
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung.....	21
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Glyceringehalt	23
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Sorbitolgehalt	24
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Salicylsäuregehalt.....	25
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Natriumbenzoat.....	26
Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Mentholgehalt	27
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe des Gesichtereinigers.....	28
SLES, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	29
SLES, Ergebnisübersicht Dichte	30
SLES, Ergebnisübersicht Brechungsindex.....	31
SLES, Ergebnisübersicht pH-Wert.....	32
SLES, Ergebnisübersicht Hazen Farbzahl (APHA)	33
SLES, Ergebnisübersicht Rheologie	34
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung.....	38
SLES, Ergebnisübersicht waschaktive Substanz	39
SLES, Ergebnisübersicht 1,4-Dioxan	40
SLES, Ergebnisübersicht Natriumsulfat	41
Kommentar der Fachgruppe zur SLES-Analytik.....	42
Zusammenfassung / Schlussfolgerungen	44
Anhang	45



Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe 14 Ringversuche durchgeführt, die für Laboratorien der kosmetischen Industrie als Angebot dienen sollten, eine Standortbestimmung bezüglich der Qualität der eigenen Analytik zu ermöglichen (Ringversuchsauswertungen siehe www.dgk-ev.de). Aufgrund der positiven Resonanz durch die Teilnehmer entschloss sich die Fachgruppe, auch in 2017 einen Ringversuch durchzuführen, welcher wieder als Zertifikats-Ringversuch ausgerichtet wurde.

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

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

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Trockenrückstand, Wassergehalt, Glycerin, Sorbitol, Salicylsäure, Natriumbenzoat, Menthol und Rheologie

Ringversuch „Rohstoff“:

pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Trockenrückstand, Farbzahl, Waschaktive Substanz, 1,4-Dioxan, Natriumsulfat und Rheologie.

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2017 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 Mai 2017 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 31. Juli 2017. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab September 2017.



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:

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

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

Zusammenfassung und Ausblick

Auch bei dieser Laborvergleichsstudie handelt es sich natürlich um eine Momentaufnahme; um zu weiteren Aussagen zu kommen, plant die Fachgruppe einen weiteren Ringversuch in 2018 durchzuführen.

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

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

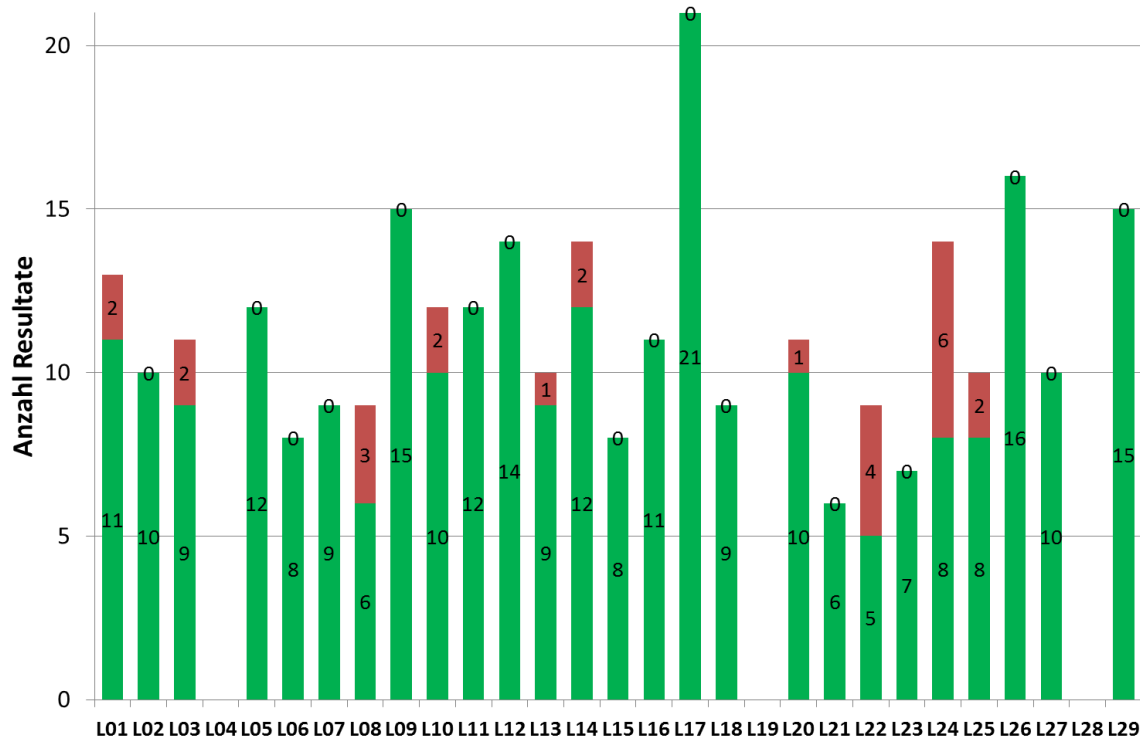


Abbildung 1: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer

16 der 29 in 2017 teilnehmenden und bewerteten Labore haben alle abgegebenen Ergebnisse richtig bestimmt, 3 Labore konnten die geforderten 80% richtige Ergebnisse nicht erreichen. Drei weitere Labore hatten keine Ergebnisse eingereicht.

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

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

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

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

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

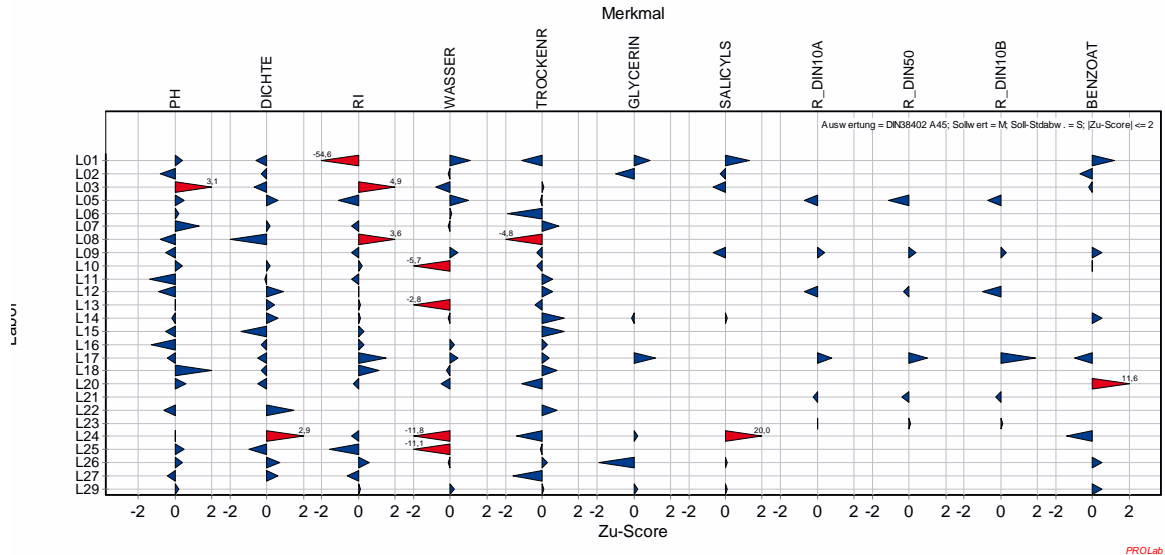


Abbildung 2: Z_u-Scores pro Parameter; Matrix Gesichtereiniger

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

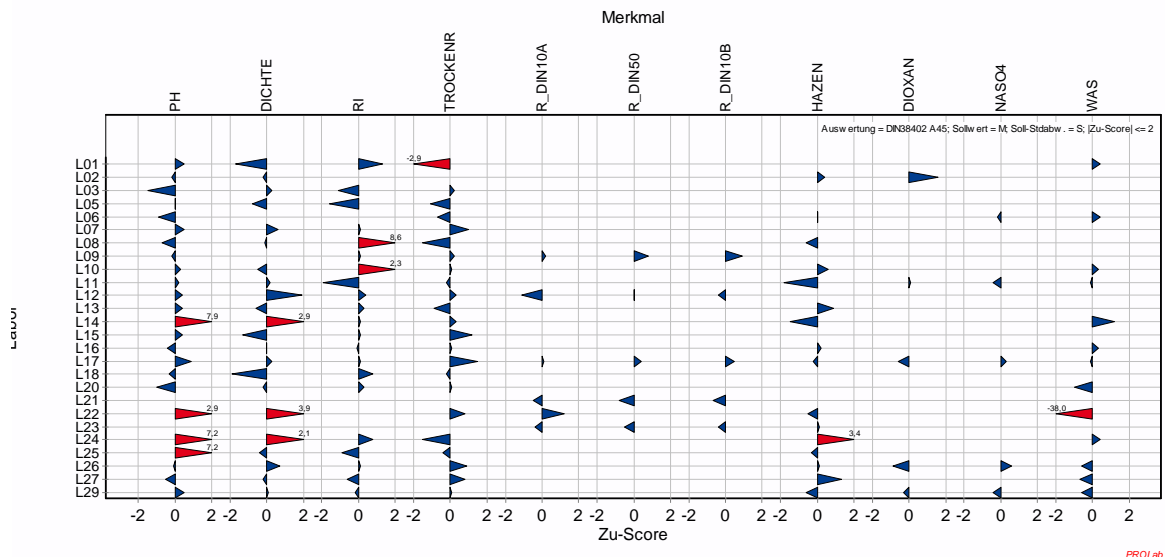


Abbildung 3: Z_u-Scores pro Parameter; Matrix Rohstoff

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



Erläuterung zur Ergebnisübersicht

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

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



Gesichtsreiniger, 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 23 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 21,3 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 6,01 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,85 %.

Tabelle 1: Messwerte Trockenrückstand

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

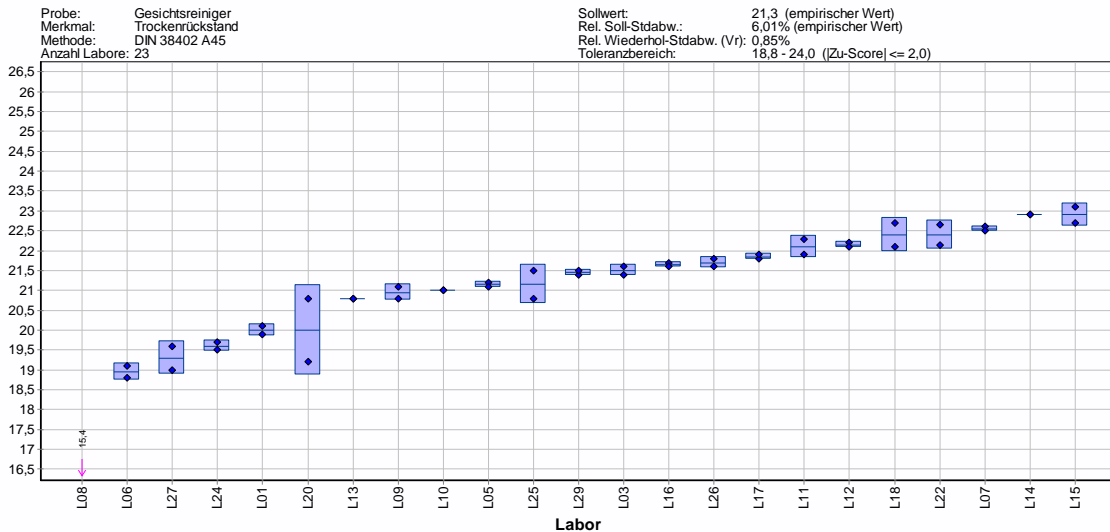


Abbildung 4: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

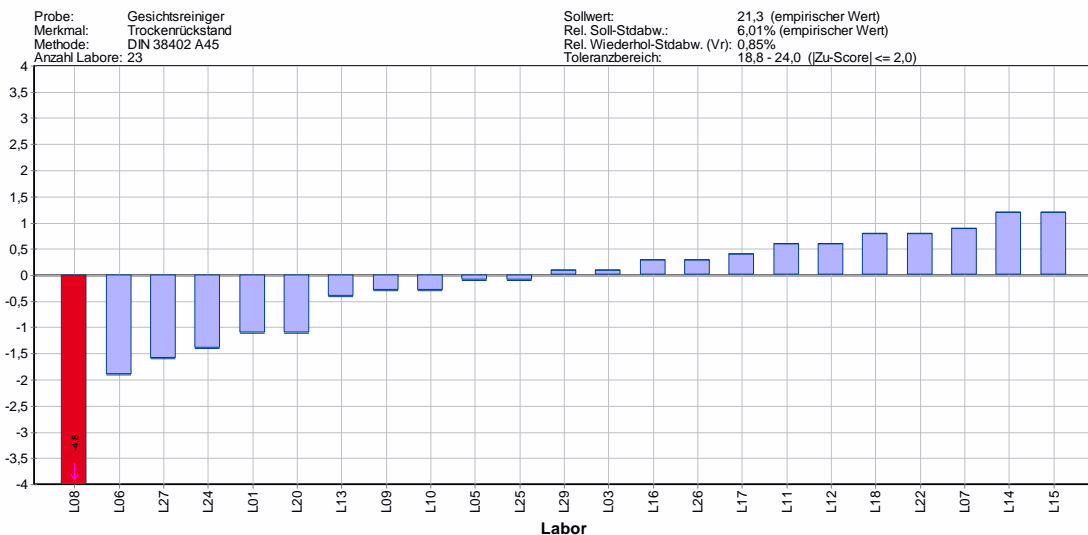


Abbildung 5: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Wassergehalt

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

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 18 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 76,6 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,50 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,34 %.

Tabelle 2: Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	77,8	76,5	75,7		77,8	76,8	76,5		77,1	70,2			73,4	76,5	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)	76,8	77,1	76,4		76,0				63,1	64,0	76,6				76,8

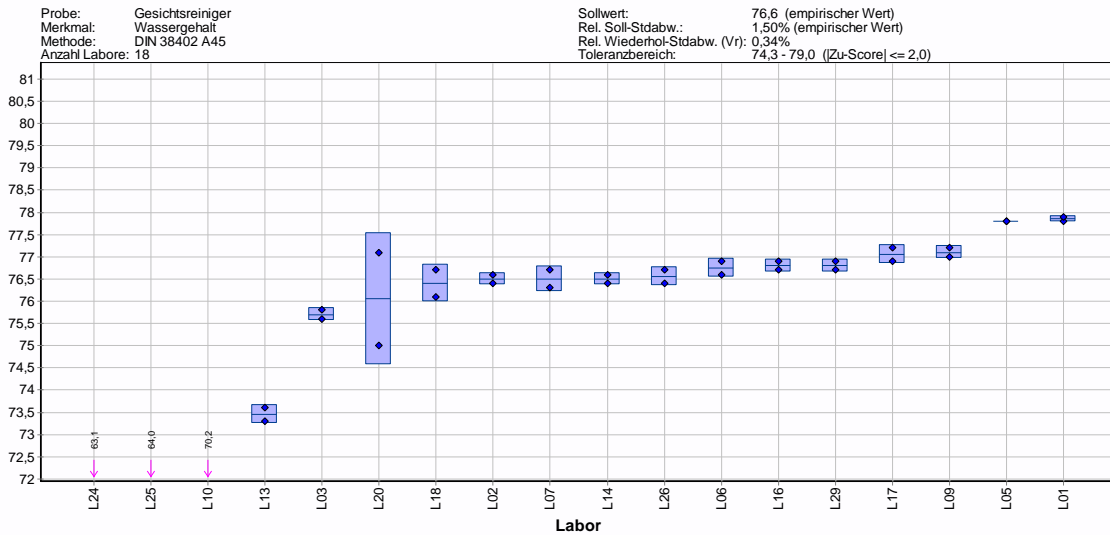


Abbildung 6: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

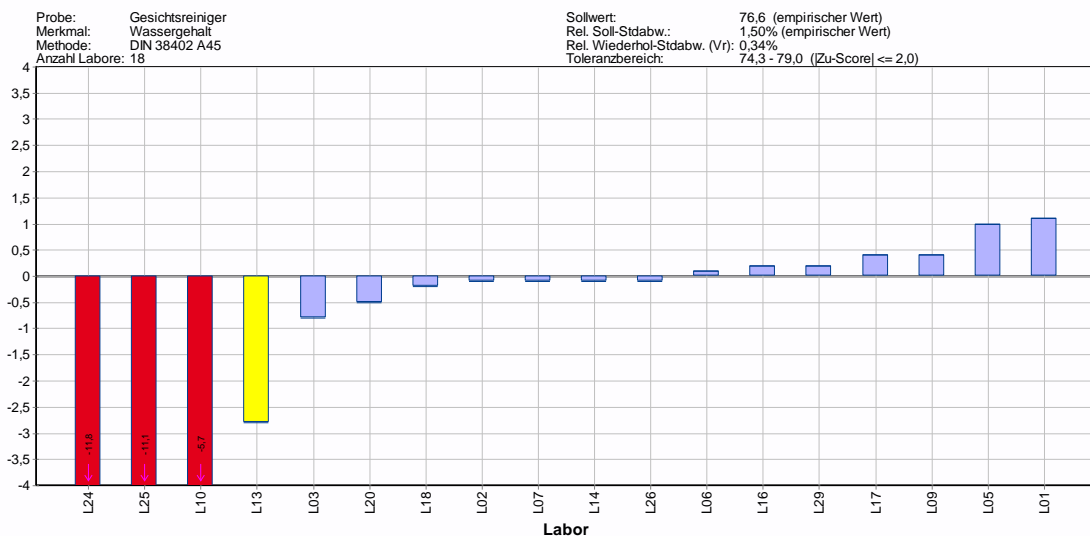


Abbildung 7: Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 24 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 4,71; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,18 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,32 %.

Tabelle 3: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	4,74	4,67	4,88		4,74	4,72	4,79	4,67	4,69	4,74	4,63	4,66	4,71	4,70	4,69
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
pH-Wert	4,64	4,69	4,83		4,75		4,68		4,71	4,74	4,74	4,69		4,72	

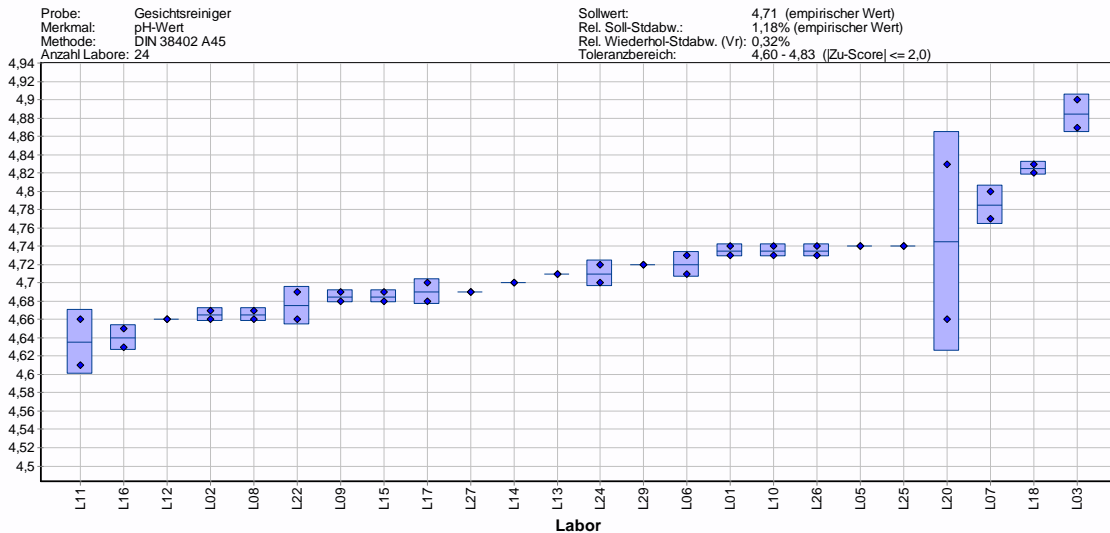


Abbildung 8: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

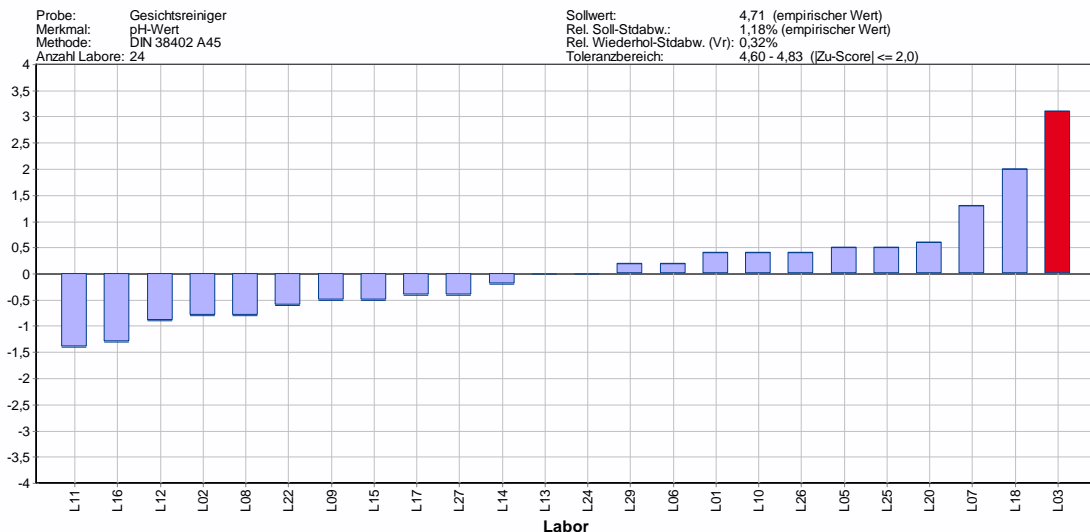


Abbildung 9: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,0444 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,10 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 4: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/mL)	1,0438	1,0441	1,0436		1,0450		1,0446	1,0423		1,0446	1,0444	1,0454	1,0448	1,0450	1,0430
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/mL)	1,0440	1,0438	1,0440		1,0438		1,0459		1,0474	1,0434	1,0452	1,0450			

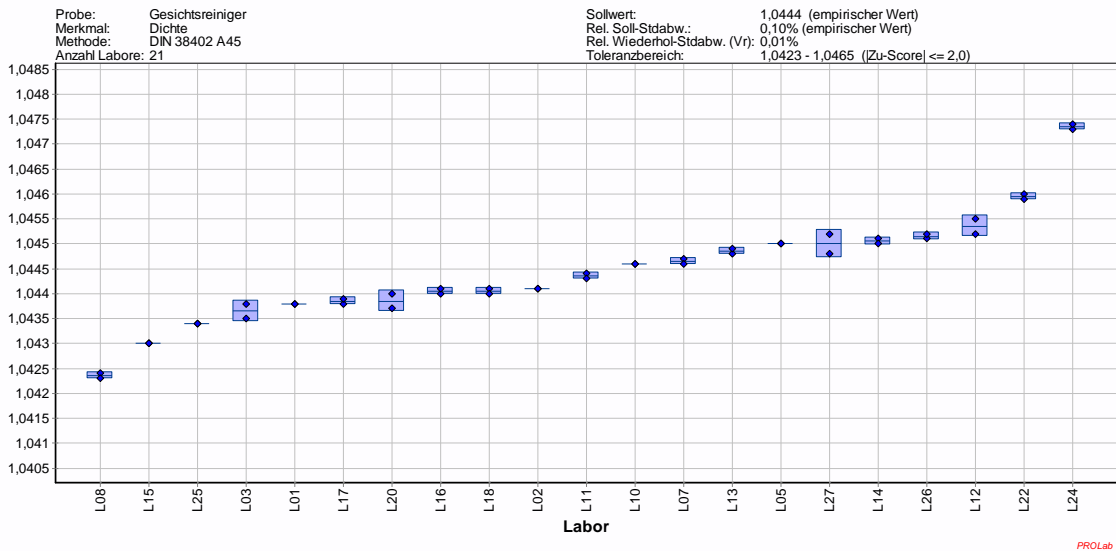


Abbildung 10: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

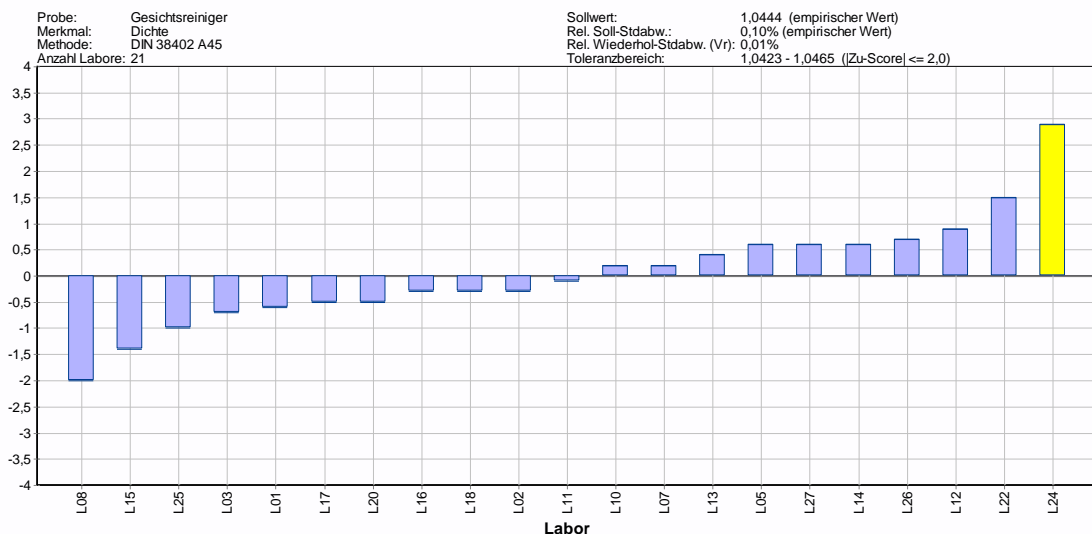


Abbildung 11: Dichte, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Brechungsindex

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

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,3667, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,04 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 5: Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert	1,3360		1,3695		1,3661		1,3665	1,3687	1,3664	1,3668	1,3664	1,3667	1,3668	1,3668	1,3668
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert	1,3668	1,3676	1,3673		1,3666				1,3665	1,3658	1,3670	1,3664		1,3668	

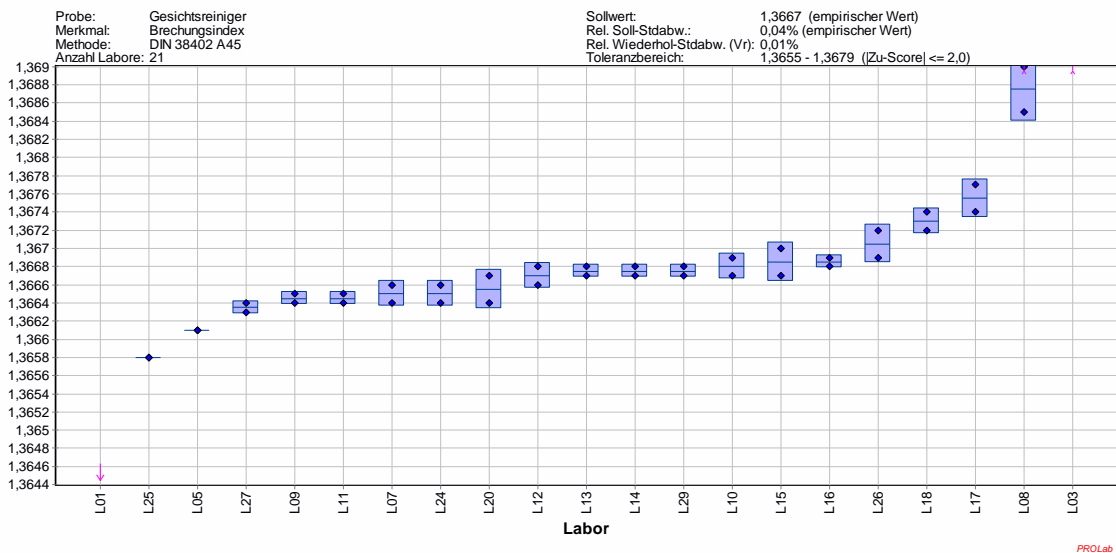


Abbildung 12: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

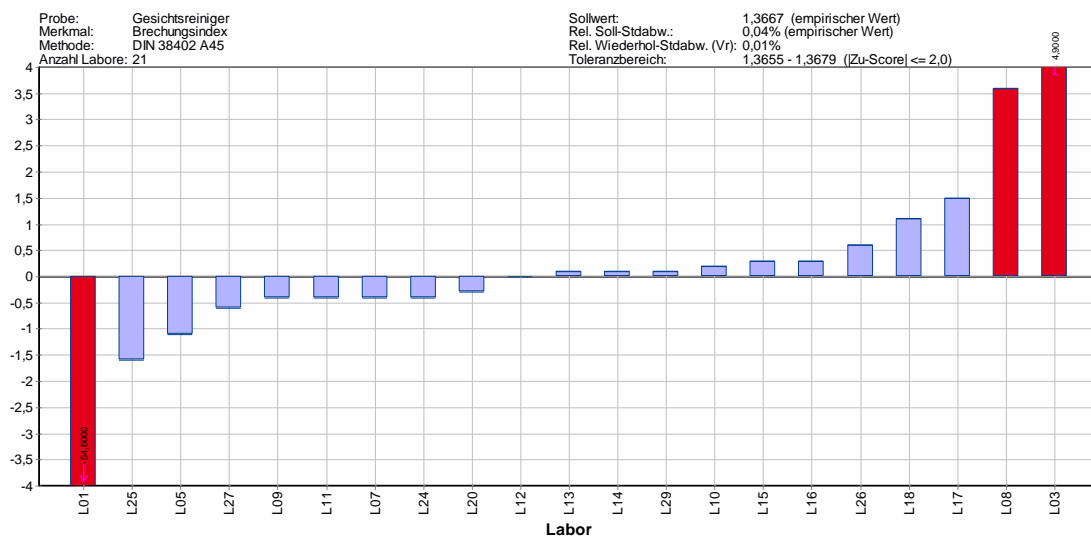


Abbildung 13: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte



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

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 21,3 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 6,01 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,85 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 23 Laboratorien teilgenommen, 22 waren erfolgreich

Anmerkung der Fachgruppe: Die Ergebnisse liegen sowohl bzgl. der Vergleichsstandardabweichung als auch bzgl. der Wiederholstandardabweichung im üblichen und erwartbaren Bereich.

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 76,6 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,50 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,37 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 18 Laboratorien teilgenommen, 14 waren erfolgreich.

Anmerkung der Fachgruppe: Die Teilnehmer 10, 13, 24 und 25 sollten die Plausibilität ihrer Ergebnisse z.B. gegen den Trockengehalt abgleichen. Labor 20 hat diesen Parameter zwar bestanden, der Unterschied zwischen den zwei Wiederholungsmessungen ist jedoch vergleichsweise groß.

pH-Wert

Errechneter Sollwert 4,71; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,18 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,32 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 24 Laboratorien teilgenommen, 23 waren erfolgreich

Die Fachgruppe empfiehlt den Laboren mit hoher Wiederhol-Standardabweichung (L20), ihre Geräte / die Kalibrierung zu überprüfen.

Dichte

Errechneter Sollwert 1,0444 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,10 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 21 Laboratorien teilgenommen, 20 waren erfolgreich.

Kommentar der Fachgruppe: Mittels Biegeschwinger ist die Dichte mit hoher Genauigkeit bestimmbar, was sich in der niedrigen Vergleichsstandardabweichung zeigt. Die Ringversuchsauswertung nach DIN 38402 deklariert dementsprechend auch Ergebnisse mit kleiner absoluter Abweichung als falsch.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,3667; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,04 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 21 Laboratorien teilgenommen, 18 waren erfolgreich

Labor 01 hat hier mutmaßlich einen Übertragungsfehler bei der Angabe des Ergebnisses gemacht, der die enorme Abweichung erklären könnte.



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Rheologie

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität eines Gesichtsreinigers bei 20°C in mPas. Die Messungen sollten sowohl nach DIN 53019 als auch 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, nur 4 Labore machten Messungen mit der DGK-Methode.

Da die erforderliche Mindestteilnehmerzahl von 5 bei der DGK-Methode nicht erreicht wurde, fließen diese Ergebnisse nicht in die Auswertung des Ringversuchs ein.

Die gewohnten Darstellungen wurden aus Übersichtsgründen beibehalten.



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 18450 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 22,10 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,94 %.

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

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)					16000				20261			15889			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		22257				17845		18450							

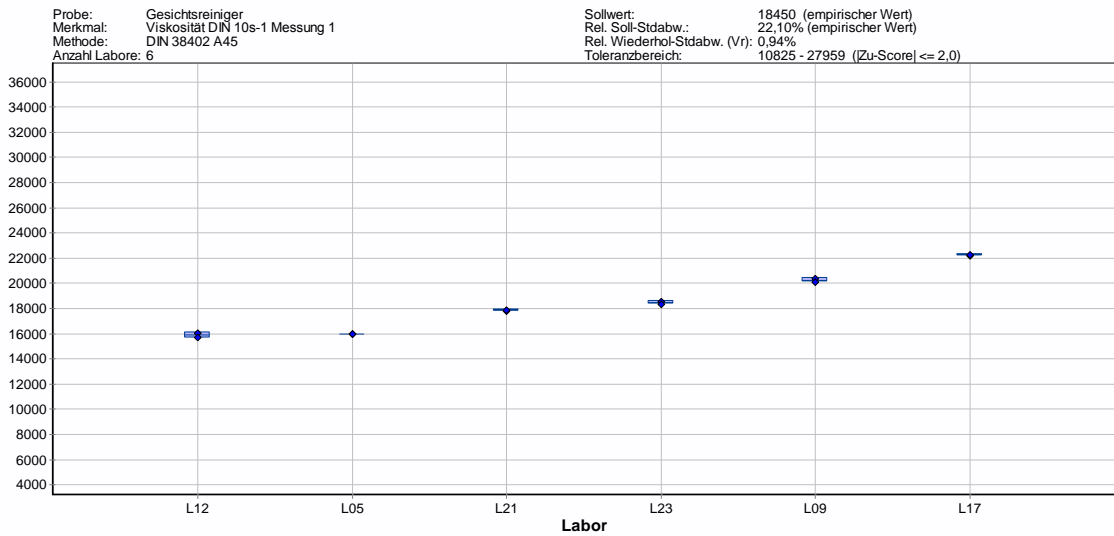


Abbildung 14: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

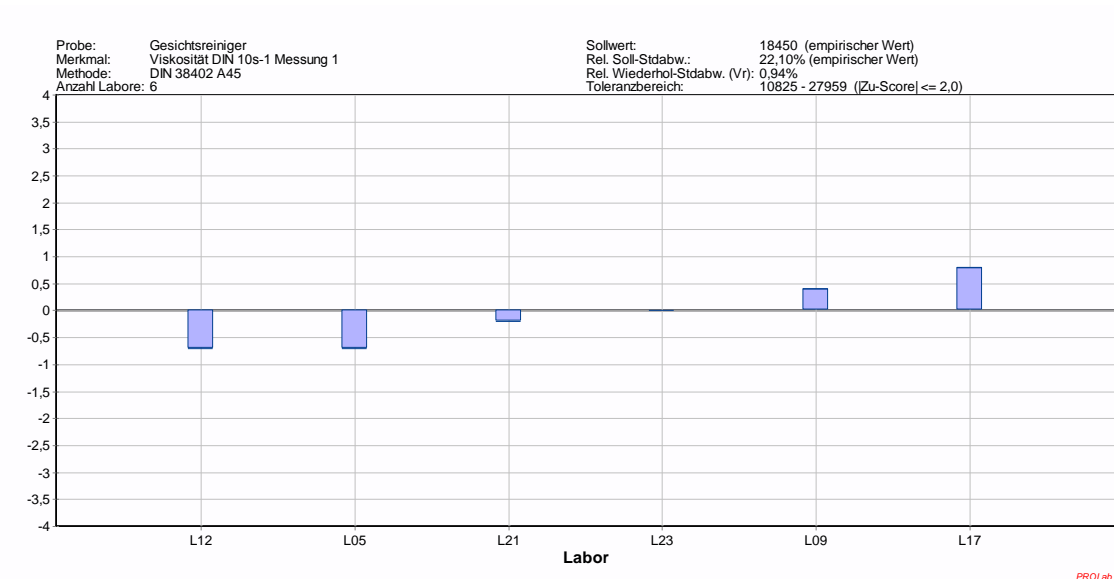


Abbildung 15: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 5012 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 20,21 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,49 %.

Tabelle 7: Messwerte Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)					4000				5455			4773			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		6111				4664		5072							

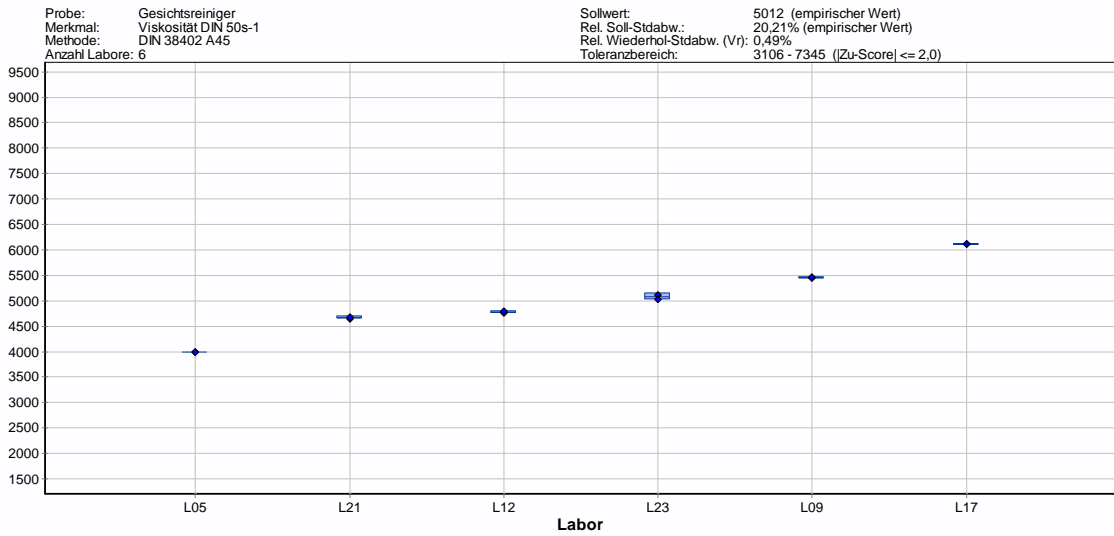


Abbildung 16: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

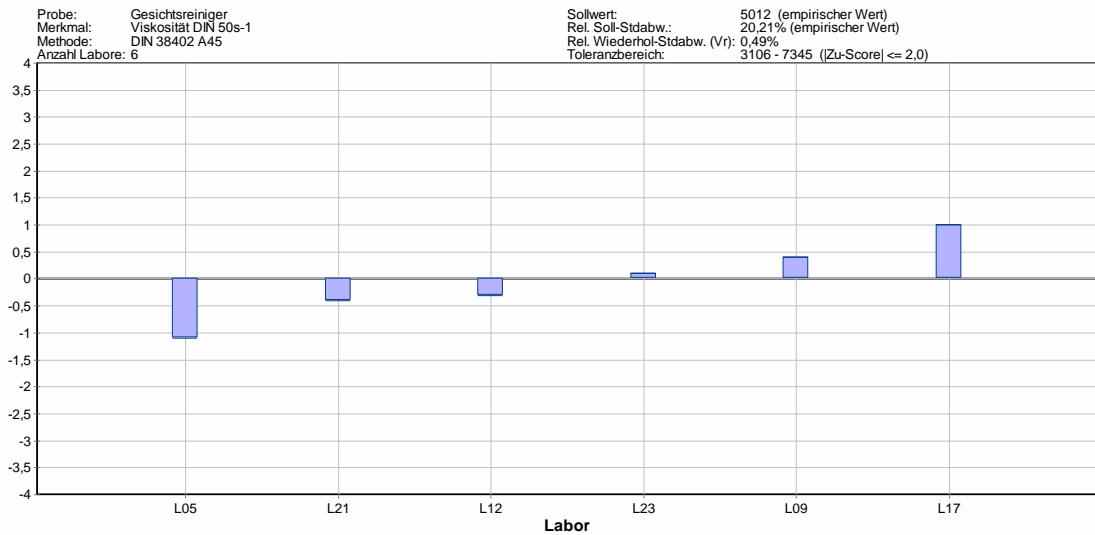


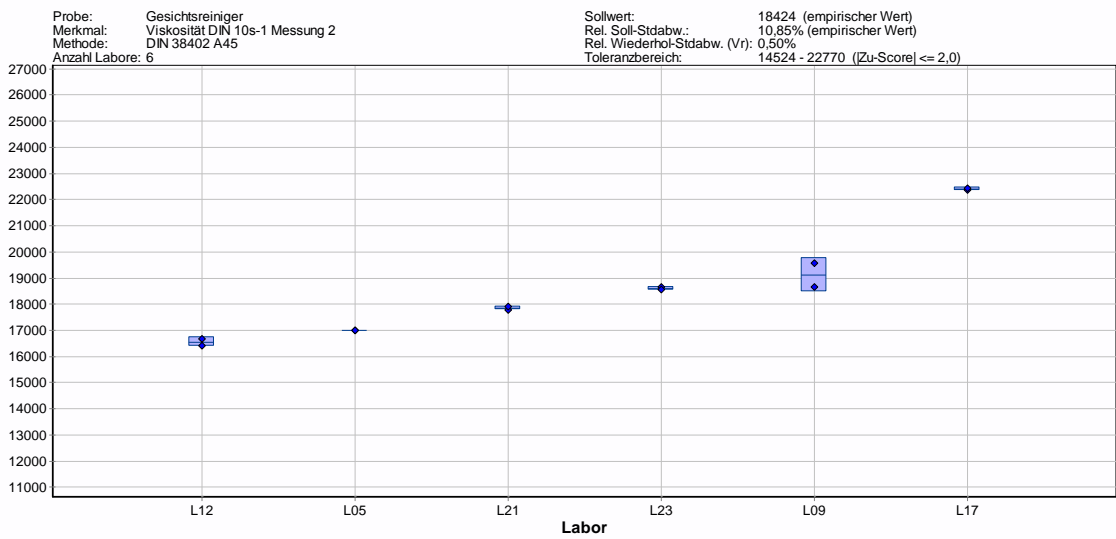
Abbildung 17: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 18424 mPa s, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 10,85 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,50 %.

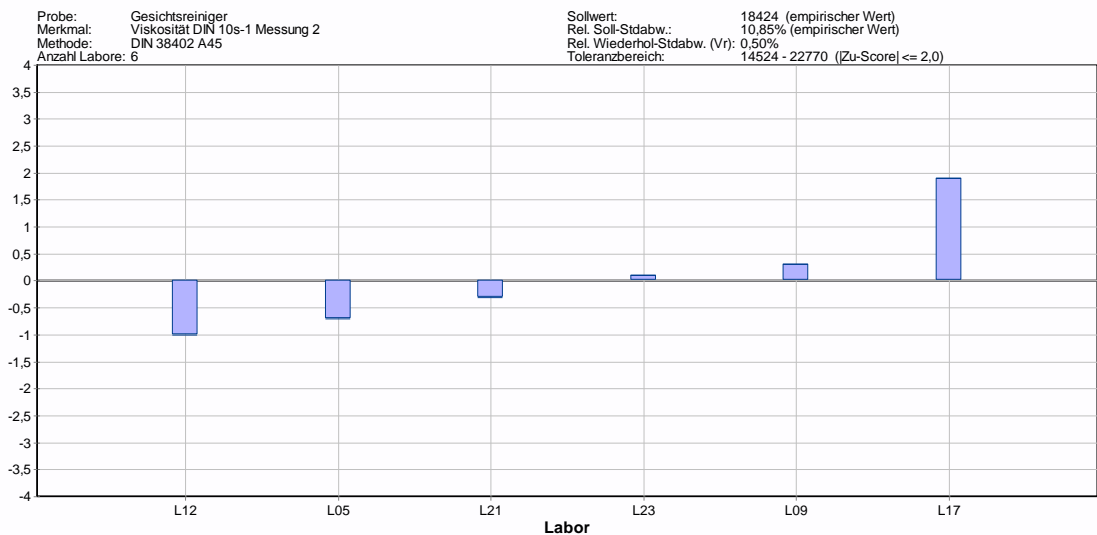
Tabelle 8: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)					17000				19113			16553			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		22398				17848		18605							



PROLab

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



PROLab

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



Rheologische Messungen nach der DGK-Methode wurden von nur 4 Laboren durchgeführt. Für die Viskositätszahl nach der DGK-Methode errechnet sich ein Labormittelwert von 7979 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9,18 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 4,61 %.

Tabelle 9: Messwerte Viskositätszahl nach der DGK-Methode

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mPa s)					7862							8527		7021	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mPa s)		8505													

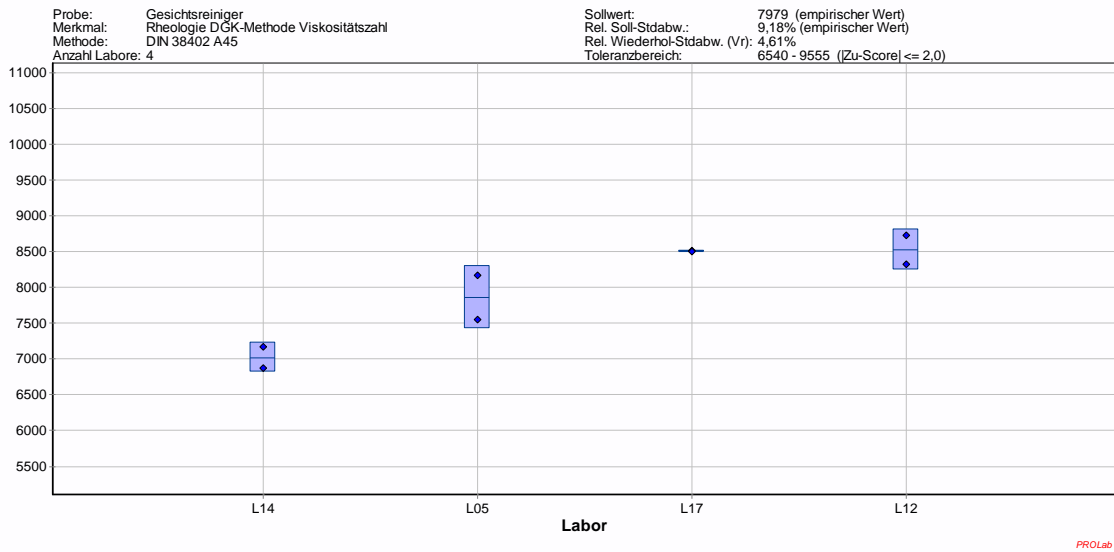


Abbildung 20: Viskositätszahl nach der DGK-Methode, graphische Darstellung aller Messwerte



Für den Fließpunkt nach der DGK-Methode errechnet sich ein Labormittelwert von 127823 Pa, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 19,48 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 11,91 %.

Tabelle 10: Messwerte Fließpunkt nach der DGK-Methode

Viskosität

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Fließpunkt (Pa)					112901							120734		146605	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Fließpunkt (Pa)		131053													

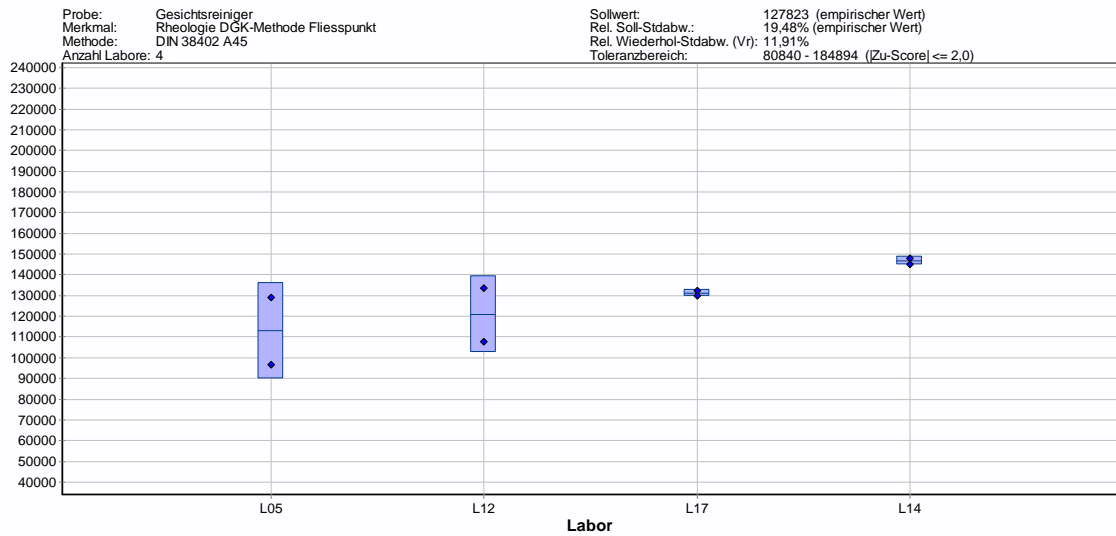


Abbildung 21: Fließpunkt nach der DGK-Methode, graphische Darstellung aller Messwert



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Die Bestimmung von Viskositätswerten mit den beiden vorgeschlagenen Methoden muss unter dem Aspekt der wenigen Teilnehmer kritisch gesehen werden.

Die DIN Methode bestimmt bei verschiedenen Scherbelastungen die Viskositätswerte, als Einzelwert, aus dem dynamischen Fließgleichgewicht. Die DGK Methode hingegen betrachtet die Fließeigenschaft der Probe über einen Bereich hinweg und bestimmt dann aus drei Stützpunkten einen viskositätsäquivalenten Messwert (DGK Visko) und einen Fließpunkt (DGK FP). Hierdurch unterscheiden sich beide Methoden und somit auch die Messergebnisse.

Leider kann, bedingt durch die mangelnde Teilnehmeranzahl, keine Aussage zum Vergleich beider Methoden erfolgen.

Grundsätzlich liegt bei den DIN Messungen die Standardabweichung im üblichen Bereich von bis zu 25%, wobei die Wiederholbarkeit der Messung im Bereich unter 1 % Abweichung liegt. Es zeigt sich wie schon bei den vergangenen Ringversuchen, dass die Wiederholstandardabweichung deutlich niedriger liegt als die Vergleichsstandardabweichung. Ein Unterschied in der Standardabweichung kann durch unterschiedliche Kalibrierung der Meßgeräte bzw. –Geometrien hervorgerufen werden.

Gesichts- reiniger		Standardabweichung / %	Wiederholbarkeit / %
	10 (1/s)	22,1	0,94
	50 (1/s)	20,2	0,49
	10 (1/s)	10,9	0,5



Die Auswertung der DGK Methode ergibt, dass der Gesichtereiniger eine Fließgrenze hat, dargestellt im FP mit 128 kPa, bei einem viskositätsäquivalentem Wert von 7979 mPas.

Hierbei ist anzumerken das keine äquivalente Auswertung für die DIN Messung durchgeführt wurde.

Macht man eine solche aus den folgenden Daten der DIN-Messungen:

	10 [1/s]	50 [1/s]	10 [1/s]
L5	16000	4000	17000
L9	20261	5455	19113
L12	15889	4773	16553
L17	22257	6111	22398
L21	17845	4664	17848
L23	18450	5072	18605

Wertet man diese Daten nach dem Newton Modell bezüglich einer FG aus so haben alle Teilnehmer eine FG bestimmt, sowohl auf der Auf als auch auf der Ab Kurve.

	FG (auf)	FG (ab)
L5	1000	750
L9	1753	2040
L12	1994	1828
L17	2074	2039
L21	1368	1368
L23	1727	1688

Die Auswertung nach Newton kann man noch durch Casson verbessern und erhält dann im Mittel einen ähnlichen Wert wie den bei der DGK Methode bestimmten.



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Glyceringehalt

Zur Bestimmung des Glyceringehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Glyceringehalt bestimmten 7 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 5,2 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 3,10 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,47 %.

Tabelle 11: Messwerte Glyceringehalt

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

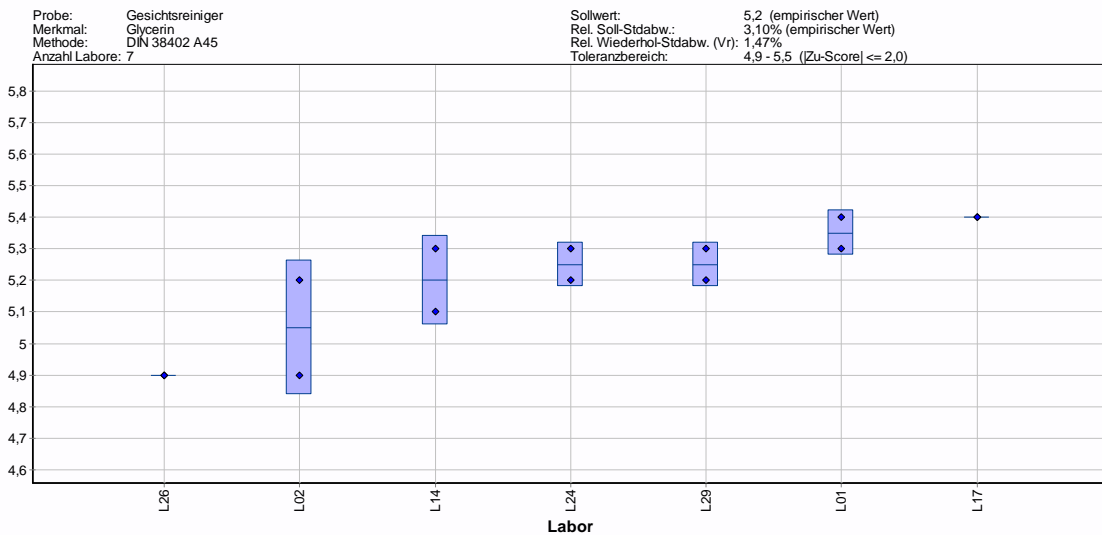


Abbildung 22: Glyceringehalt, graphische Darstellung der Messwerte

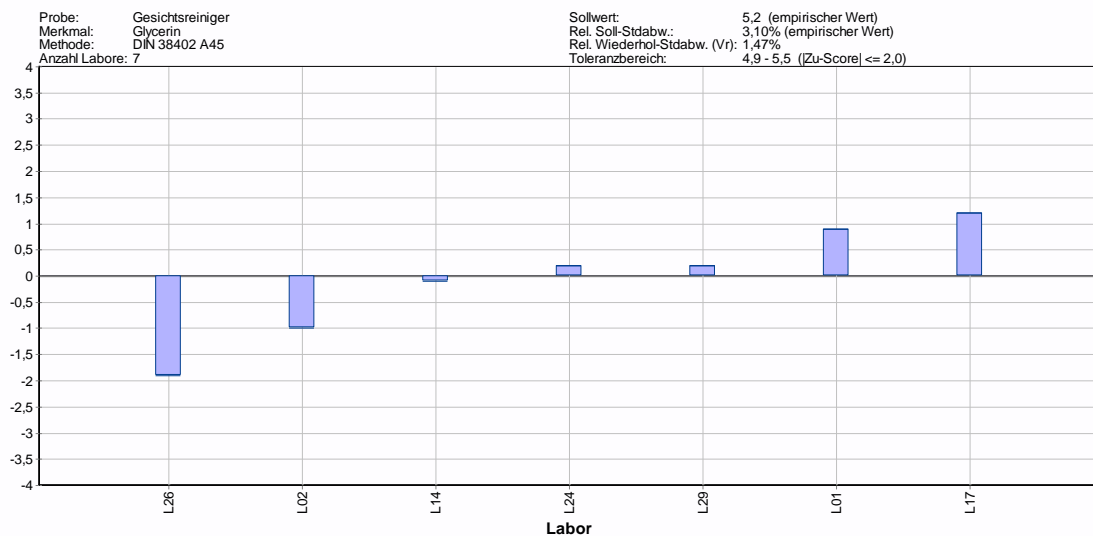


Abbildung 23: Glyceringehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Sorbitolgehalt

Zur Bestimmung des Sorbitolgehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Sorbitolgehalt bestimmten lediglich 4 Labore, er geht daher nicht in die Auswertung des Ringversuches ein. Der errechnete Labormittelwert beträgt 3,5 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,90 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,27 %.

Tabelle 12: Messwerte Sorbitolgehalt

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

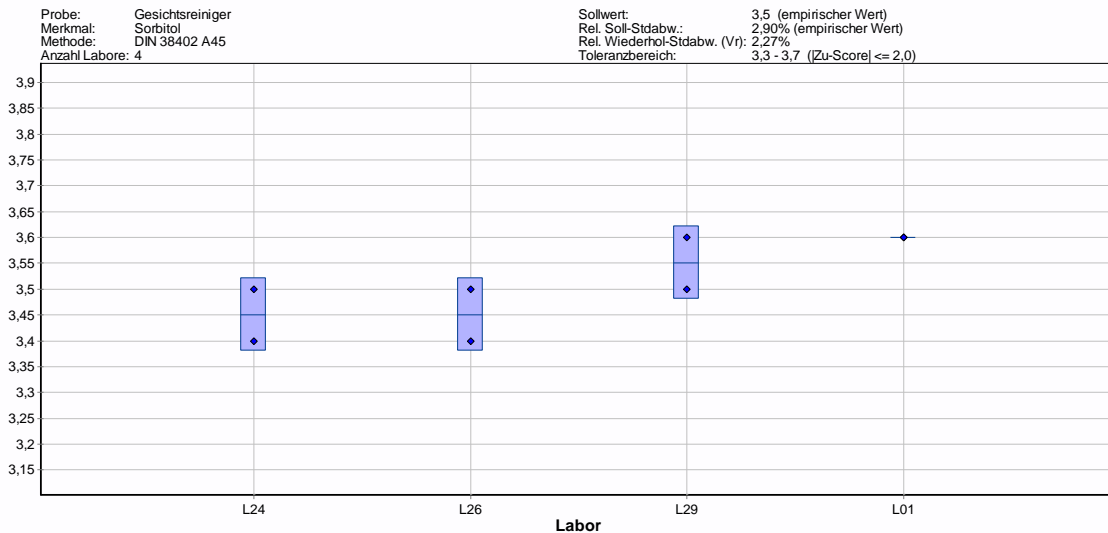


Abbildung 24: Sorbitolgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Salicylsäuregehalt

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

Den Parameter Salicylsäuregehalt bestimmten 8 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,41 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 3,09 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,31 %.

Tabelle 13: Messwerte Salicylsäuregehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,42	0,41	0,40						0,40					0,41	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)									0,67		0,41			0,41	

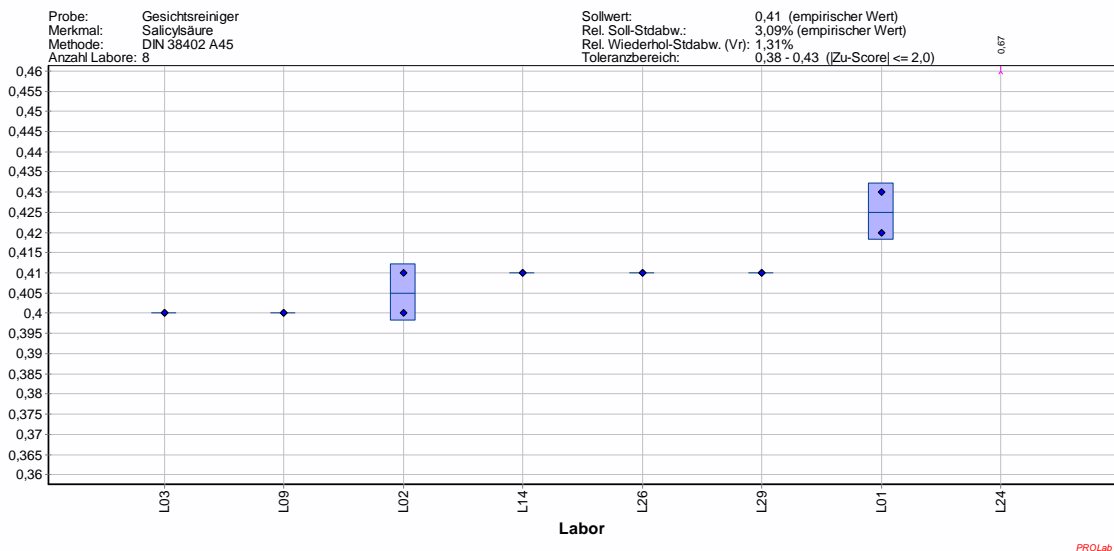


Abbildung 25: Salicylsäuregehalt, graphische Darstellung der Messwerte

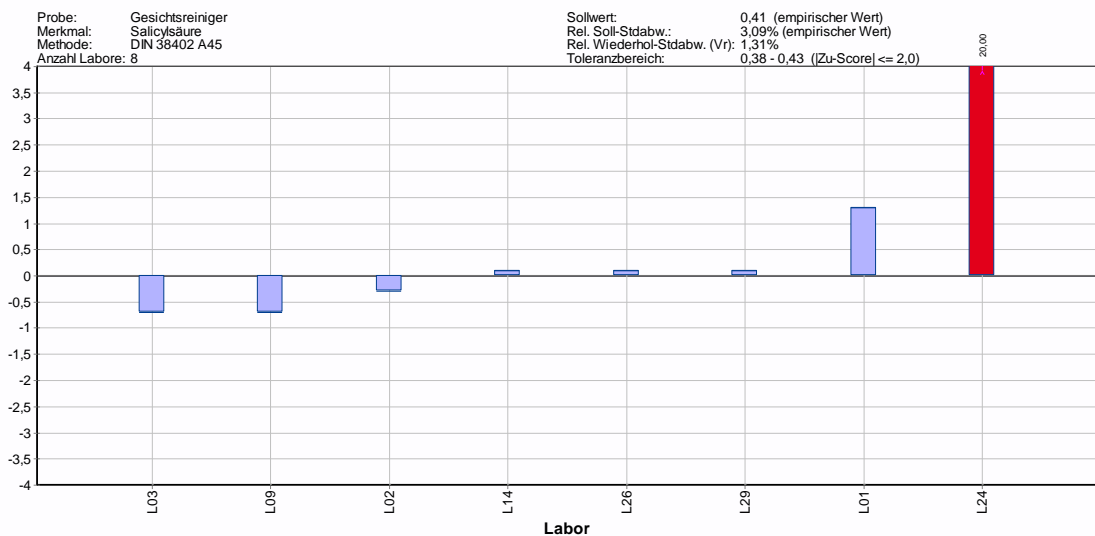


Abbildung 26: Salicylsäuregehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Natriumbenzoat

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

Den Parameter Natriumbenzoatgehalt bestimmten 11 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,40 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 5,26 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 3,09 %.

Tabelle 14: Messwerte Natriumbenzoatgehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/100g)	0,42	0,39	0,40						0,41	0,40				0,41	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/100g)		0,38			0,65				0,37		0,41			0,41	

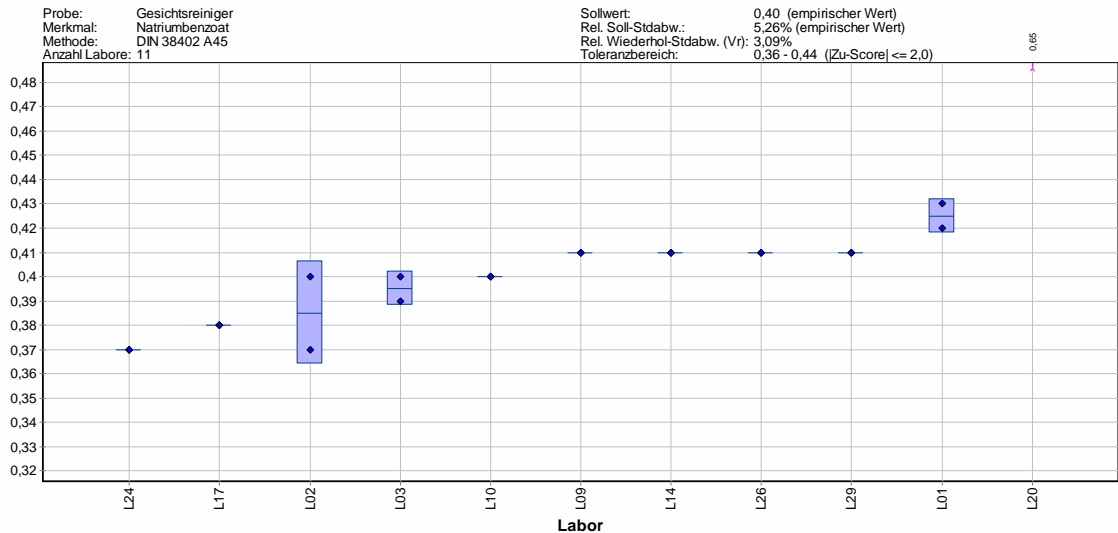


Abbildung 27: Natriumbenzoatgehalt, graphische Darstellung der Messwerte

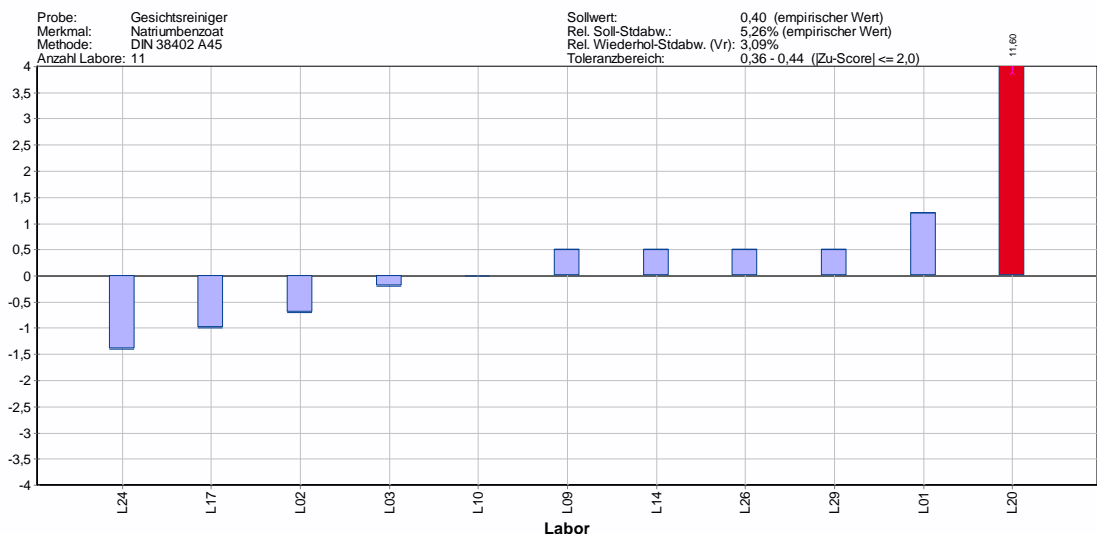


Abbildung 28: Natriumbenzoatgehalt, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Gesichtsreiniger, Ergebnisübersicht Mentholgehalt

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

Den Parameter Mentholgehalt bestimmten lediglich 4 Labore, er geht deshalb nicht in die Auswertung des Ringversuchs ein. Der errechnete Labormittelwert beträgt 0,23 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 19,11 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,99 %.

Tabelle 15: Messwerte Mentholgehalt

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

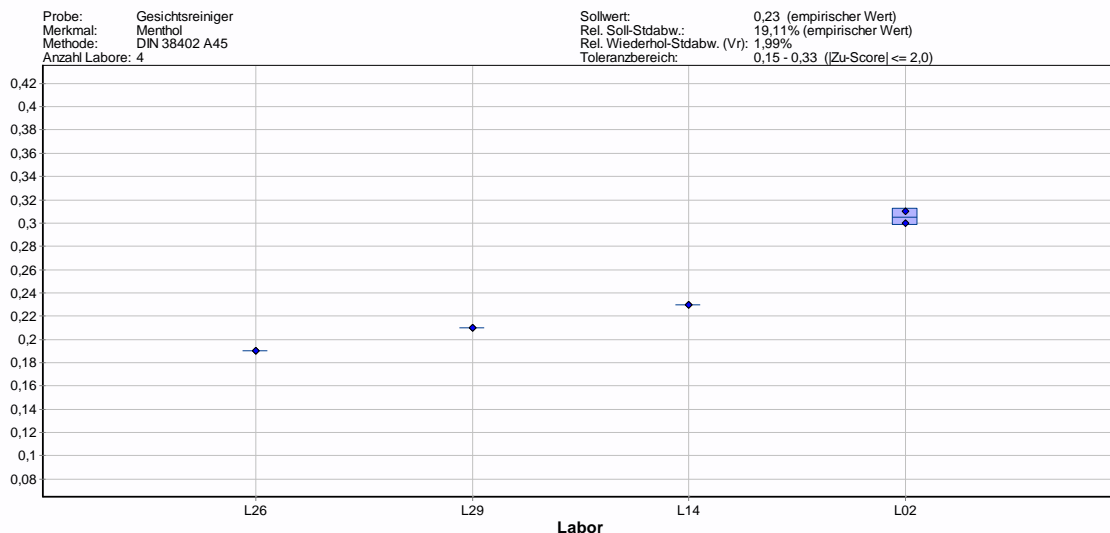


Abbildung 29: Mentholgehalt, graphische Darstellung der Messwerte



Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der Inhaltsstoffe des Gesichtereinigers

Die Bestimmungen von Sorbitol und Menthol haben jeweils weniger als 5 Teilnehmer durchgeführt. Daher können diese Parameter nicht in die Wertung einfließen. Die graphische Darstellung der Ergebnisse wurde aber beibehalten.

Glycerin

Errechneter Sollwert 5,2 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 3,10 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,47 %.

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

Die Vergleichsstandardabweichung von 3,1% ist im Vergleich mit früheren Ringversuchen relativ niedrig.

Salicylsäure

Errechneter Sollwert 0,41 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 3,09 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,31 %.

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

Labor 24 hat hier einen deutlich erhöhten Wert angegeben.

Natriumbenzoat

Errechneter Sollwert 0,40 mg/kg; rel. Vergleichsstandardabweichung 5,26 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 3,09 %.

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

Hier hat Labor 20 einen deutlich höheres Ergebnis, dies sollte zum Anlass genommen werden, die verwendete HPLC Methode auf systematische Abweichungen zu überprüfen.



SLES, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

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

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 23 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 28,3 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,23 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,46 %.

Tabelle 16: Messwerte Trockenrückstand

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

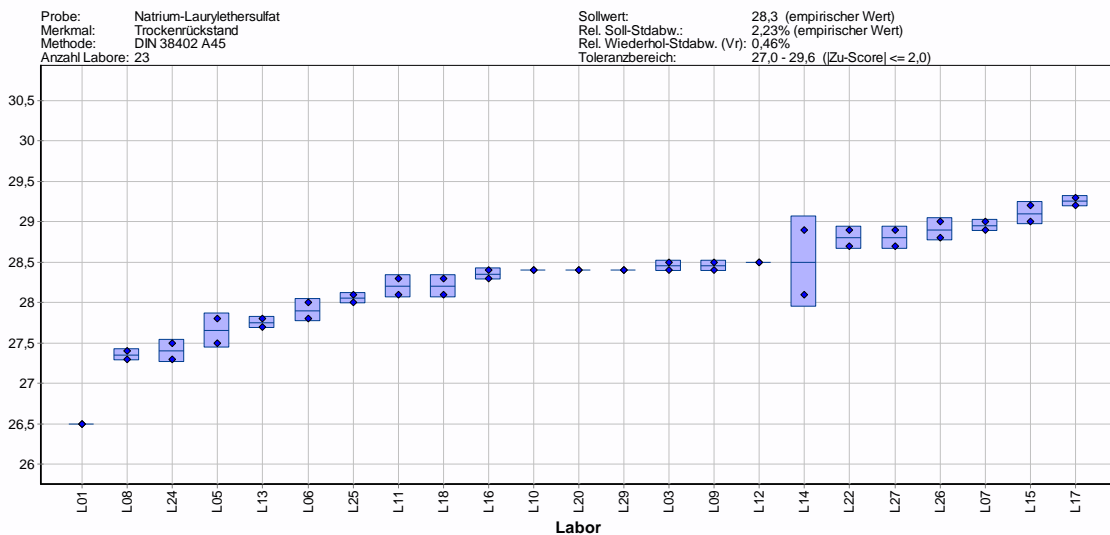


Abbildung 30: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

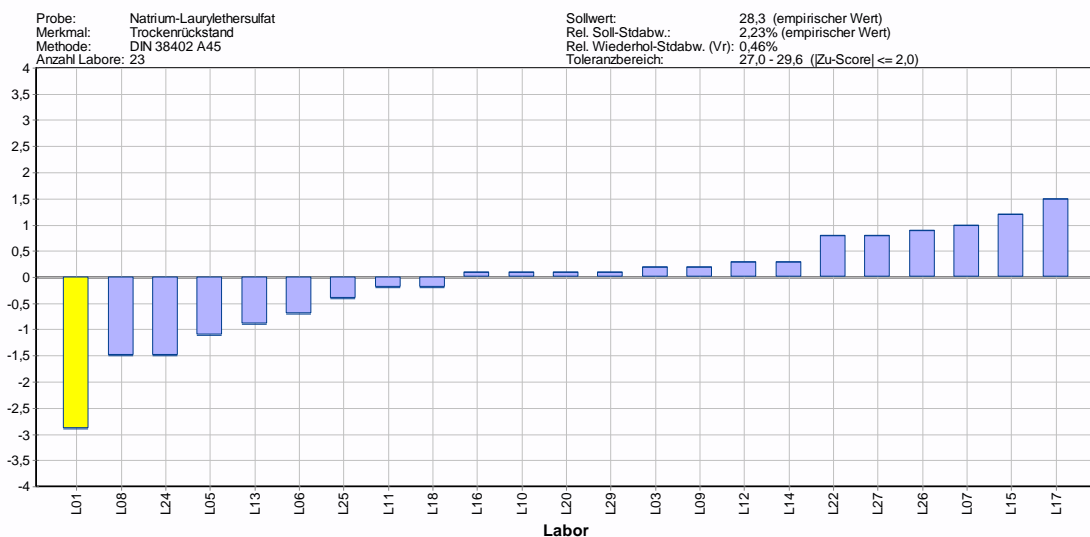


Abbildung 31: Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



SLES, 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 1,0418 g/mL, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,06 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 17: Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (g/mL)	1,0408	1,0417	1,0419		1,0413		1,0421	1,0417		1,0415	1,0419	1,0429	1,0414	1,0435	1,0410
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (g/mL)	1,0417	1,0419	1,0406		1,0417		1,0440		1,0430	1,0415	1,0422	1,0417		1,0418	

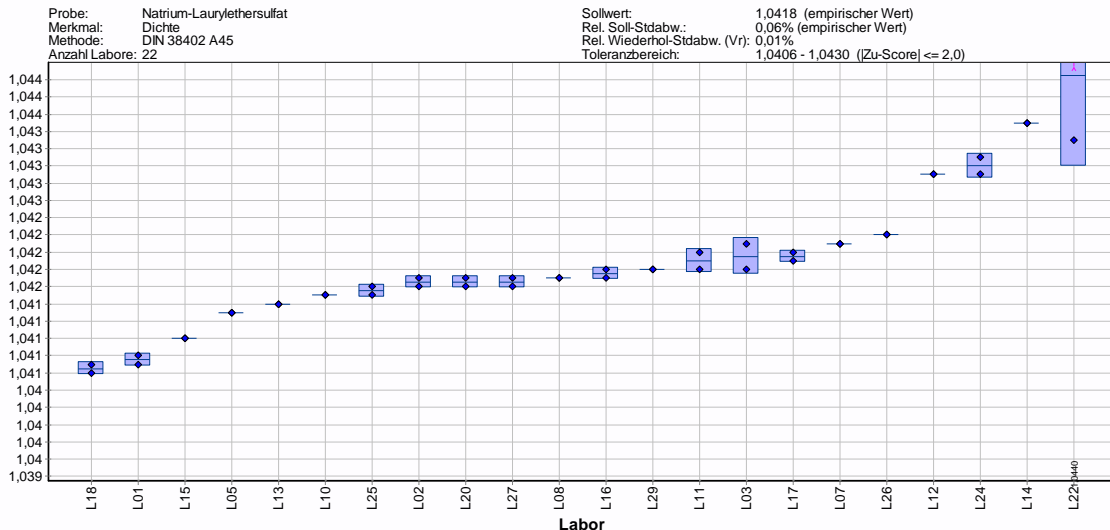


Abbildung 32: Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

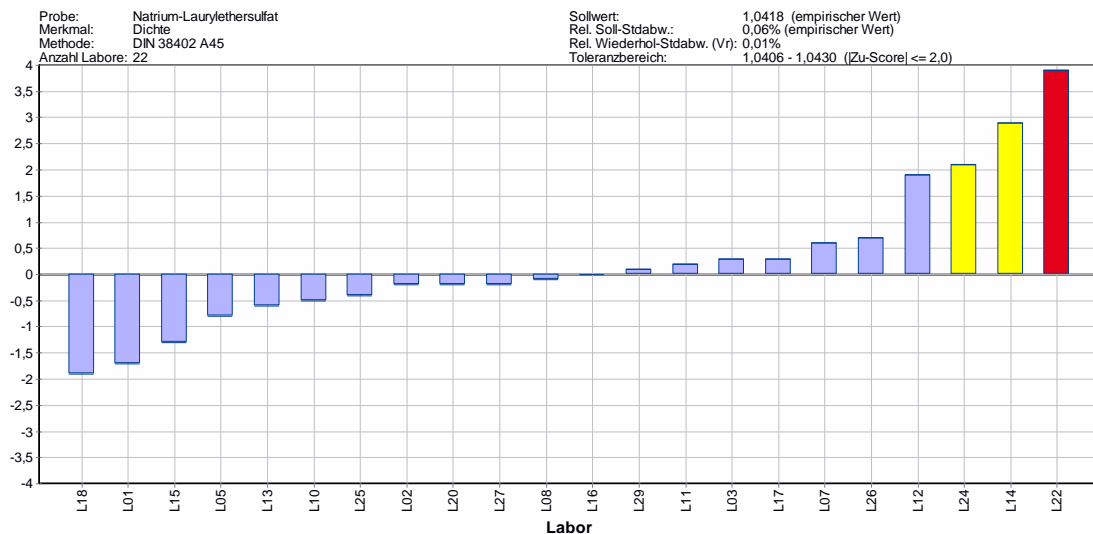


Abbildung 33: Dichte, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

SLES, Ergebnisübersicht Brechungsindex

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

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 21 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,3695, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,02 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 18: Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert	1,3699		1,3691		1,3690		1,3695	1,3720	1,3695	1,3702	1,3689	1,3696	1,3695	1,3695	1,3695
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert	1,3695	1,3695	1,3697		1,3695				1,3697	1,3692	1,3695	1,3693		1,3694	

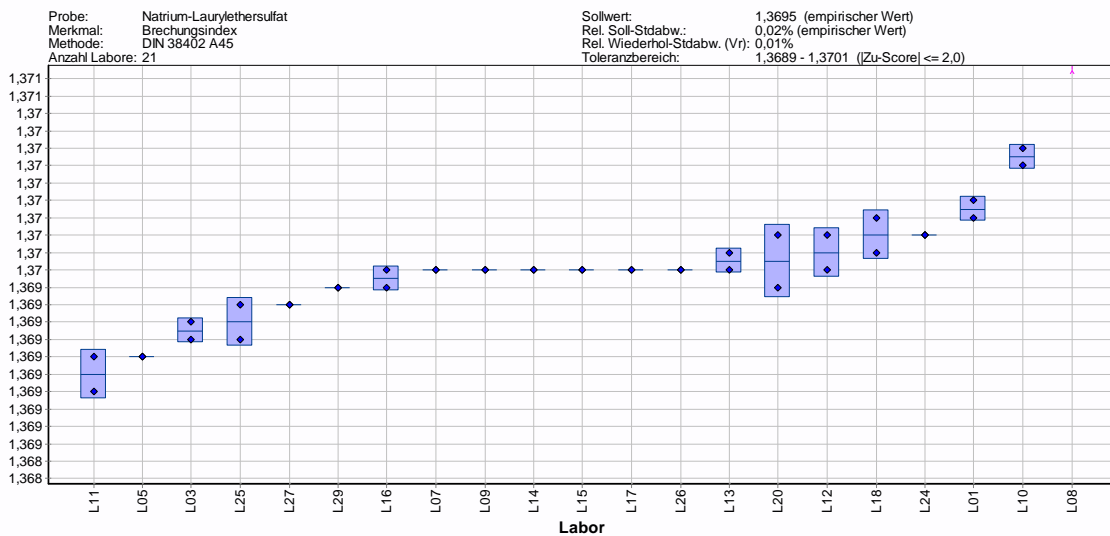


Abbildung 34: Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

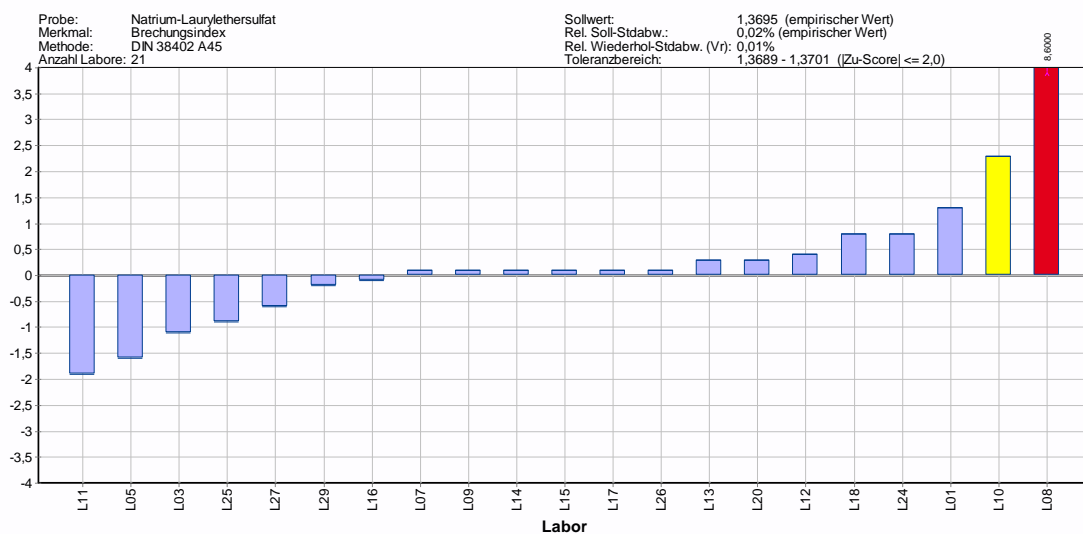


Abbildung 35: Brechungsindex, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer.

SLES, Ergebnisübersicht pH-Wert

Zur Bestimmung des pH-Wertes wurden folgende Vorgaben gemacht: 10 Gew-% in VE-Wasser, 20°C; Ergebnisangabe mit zwei Nachkommastellen.

Den Parameter pH-Wert bestimmten 24 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 10,77; die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,56 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,24 %.

Tabelle 19: Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
pH-Wert	10,86	10,74	10,52		10,77	10,62	10,85	10,65	10,73	10,82	10,80	10,84	10,84	12,09	10,84
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
pH-Wert	10,70	10,91	10,73		10,60		11,25		11,98	11,99	10,75	10,69		10,86	

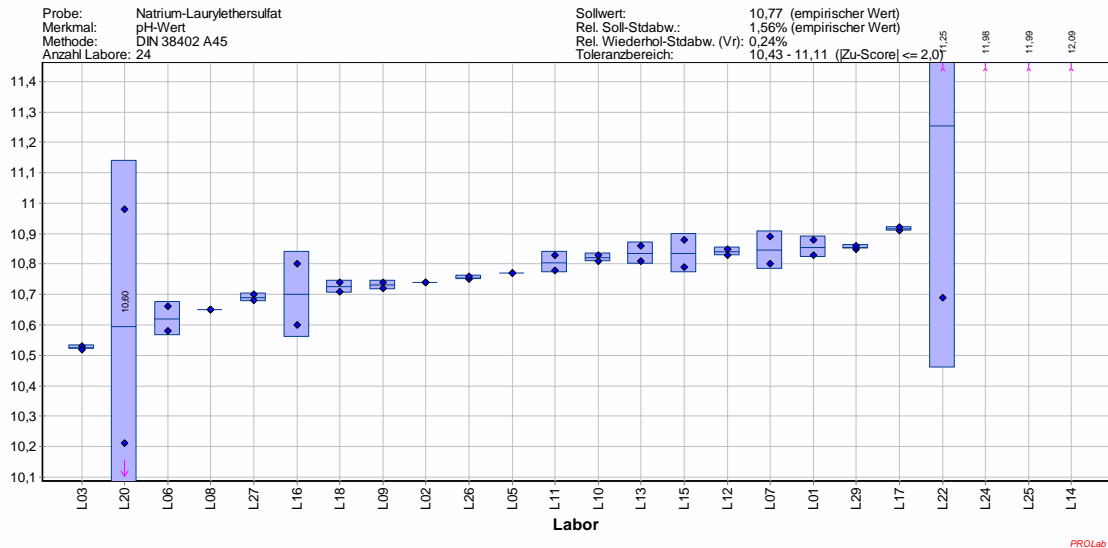


Abbildung 36: pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

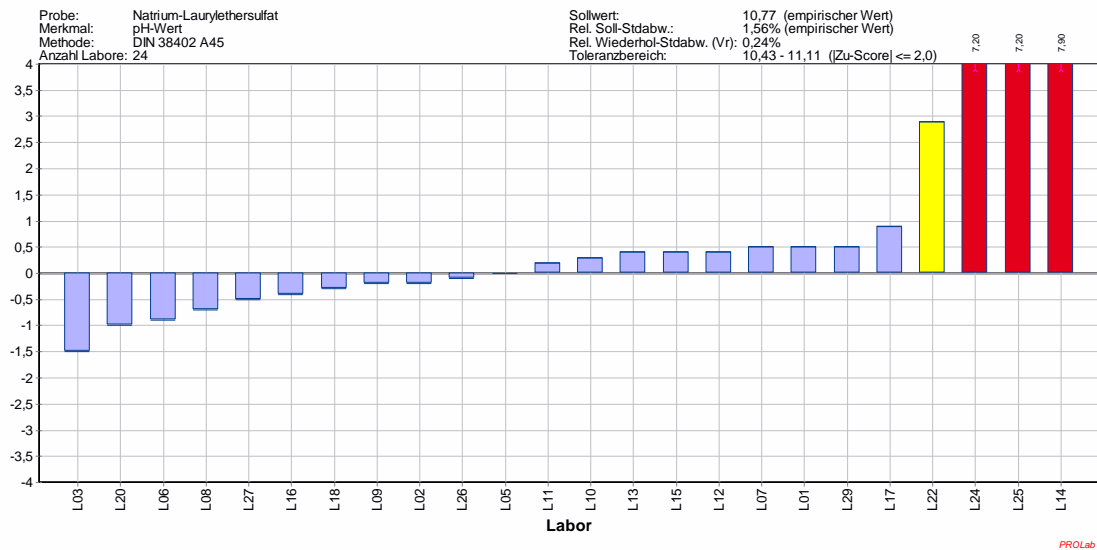


Abbildung 37: pH-Wert, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



SLES, 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 16 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 23 mgPt/L, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 24,99 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,85 %.

Tabelle 20: Messwerte Hazen Farbzahl (APHA)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Messwert (mgPt/L)		26				23		20		27	14		29	15	
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Messwert (mgPt/L)	25	22					21	24	46	22	24	32		20	

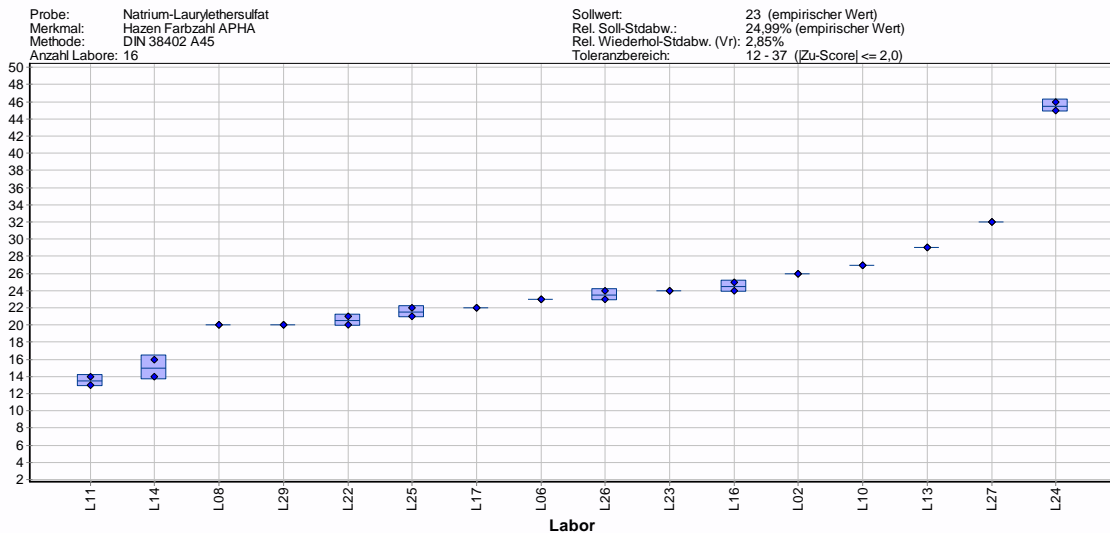


Abbildung 38: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Messwerte

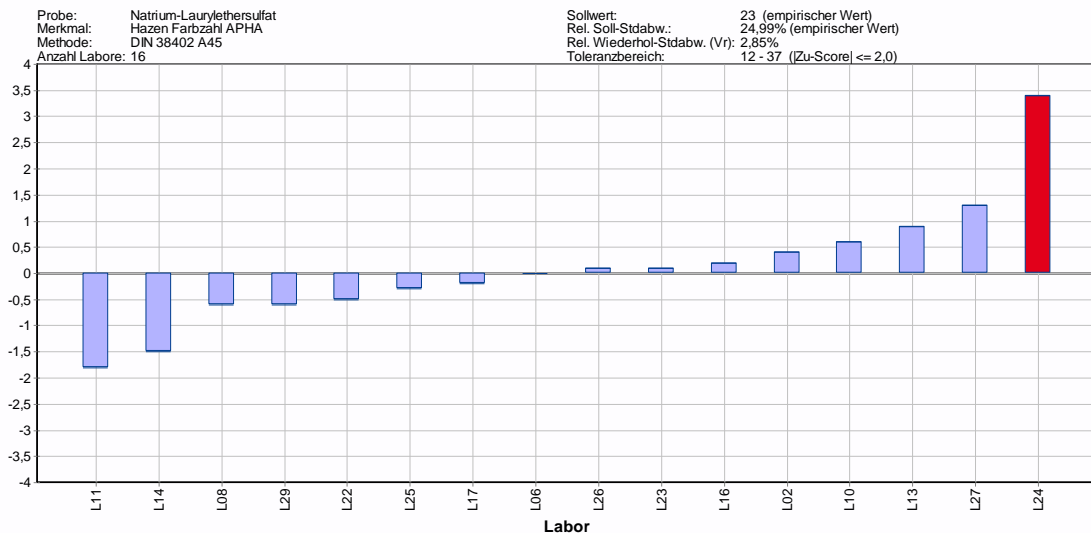


Abbildung 39: Hazen Farbzahl, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



SLES, Ergebnisübersicht Rheologie

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität bei 20°C in mPas. Die Messungen sollten nach DIN 53019 erfolgen. Es war vorgegeben, dass Messungen im dynamischen Fließgleichgewicht (abzulesen nach 2 Minuten) bei Scherraten von 10s^{-1} , 50s^{-1} und wieder 10s^{-1} durchzuführen sind.

Teilgenommen am Rheologie Ringversuch haben 6 Labore.

Labor 22 hat ein Ergebnis abgegeben, das nicht nach DIN 53019 sondern mit einem Relativmesssystem (Brookfield) gemessen wurden, aus diesem Grund wird dieses Ergebnis als falsch bewertet.



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 127 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 25,85 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,37 %.

Tabelle 21: Messwerte Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (1. Messung)

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)									136			94			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Viskosität (mPas)		130				113	174	116							

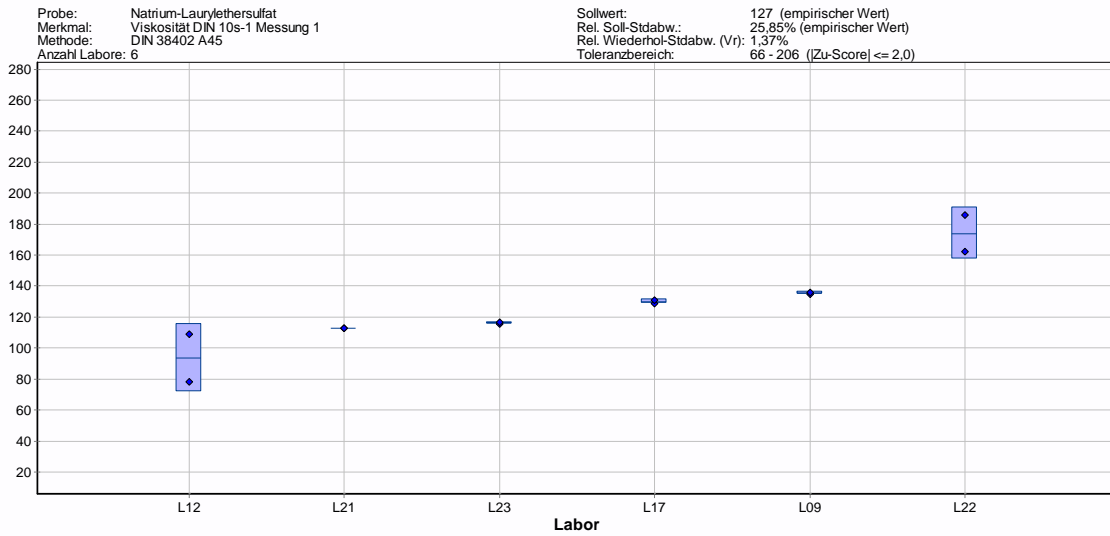


Abbildung 40: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

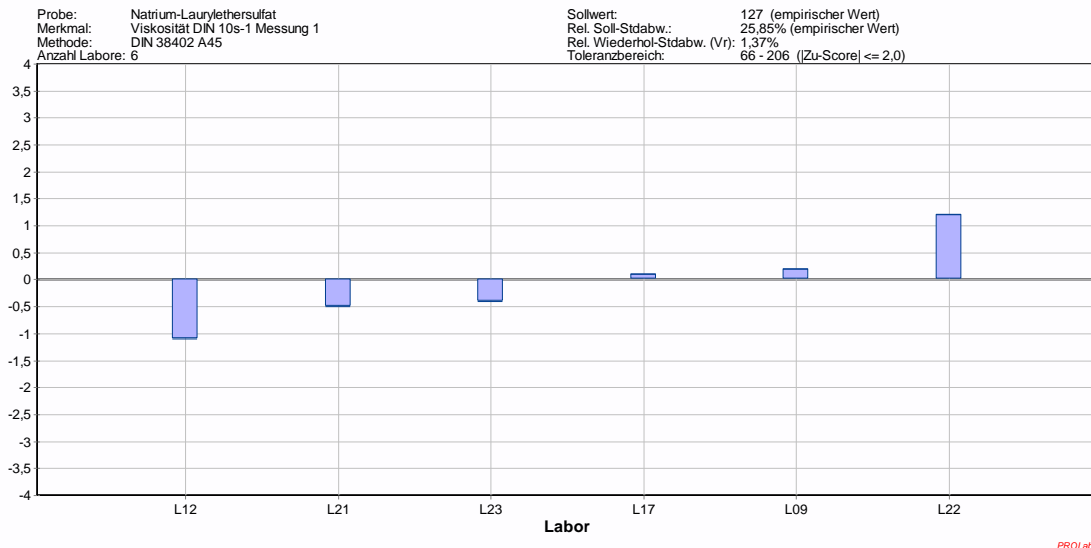


Abbildung 41: Viskosität (10 s⁻¹, erste Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 50 s⁻¹ nach DIN 53019 errechnet sich ein Labormittelwert von 123 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9,75 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,67 %.

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

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)									133			123			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Viskosität (mPas)		128				114		117							

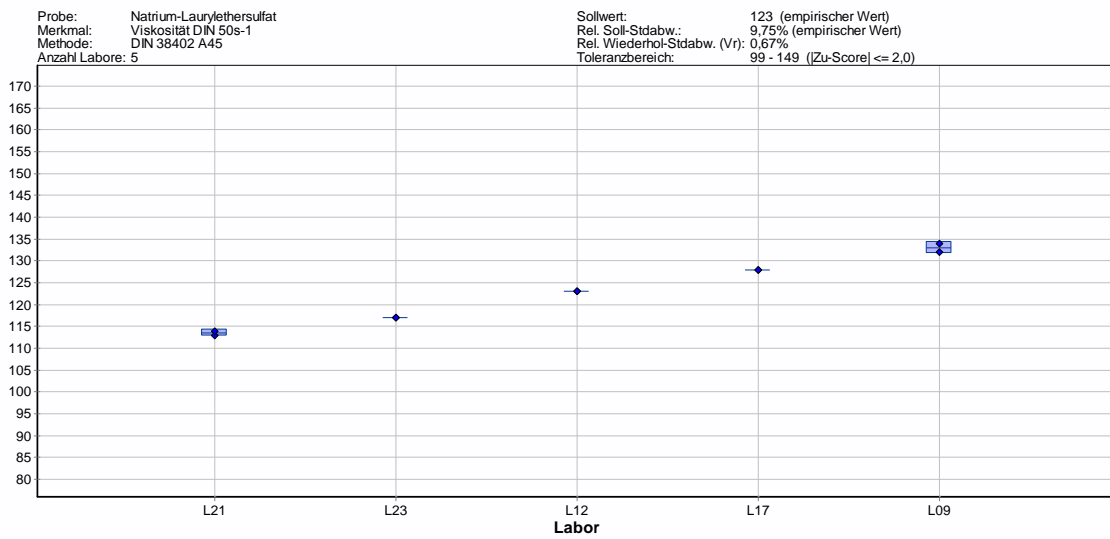


Abbildung 42: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

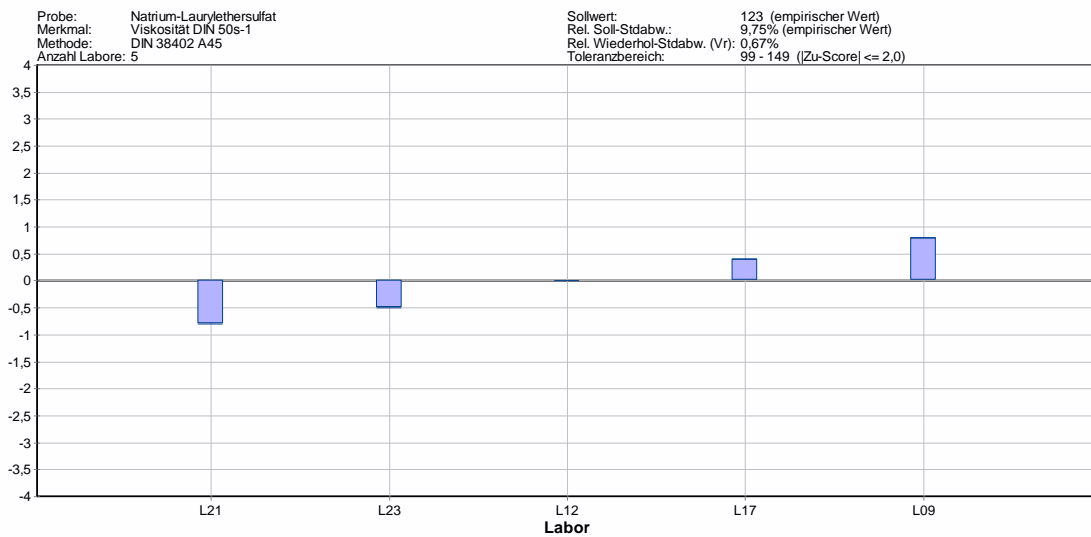


Abbildung 43: Viskosität (50 s⁻¹) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Für die Viskosität bei 10 s⁻¹ nach DIN 53019 (2. Messung) errechnet sich ein Labormittelwert von 121 mPas, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 11,25 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,94 %.

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

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Viskosität (mPas)									135			116			
Labor-Nr.	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	
Viskosität (mPas)		129				113		116							

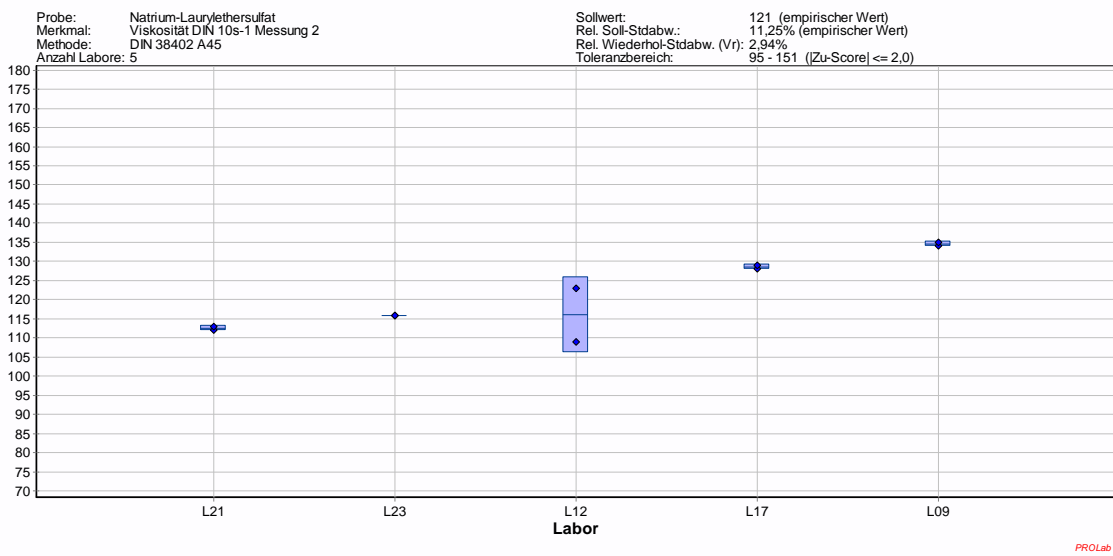


Abbildung 44: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung aller Messwerte

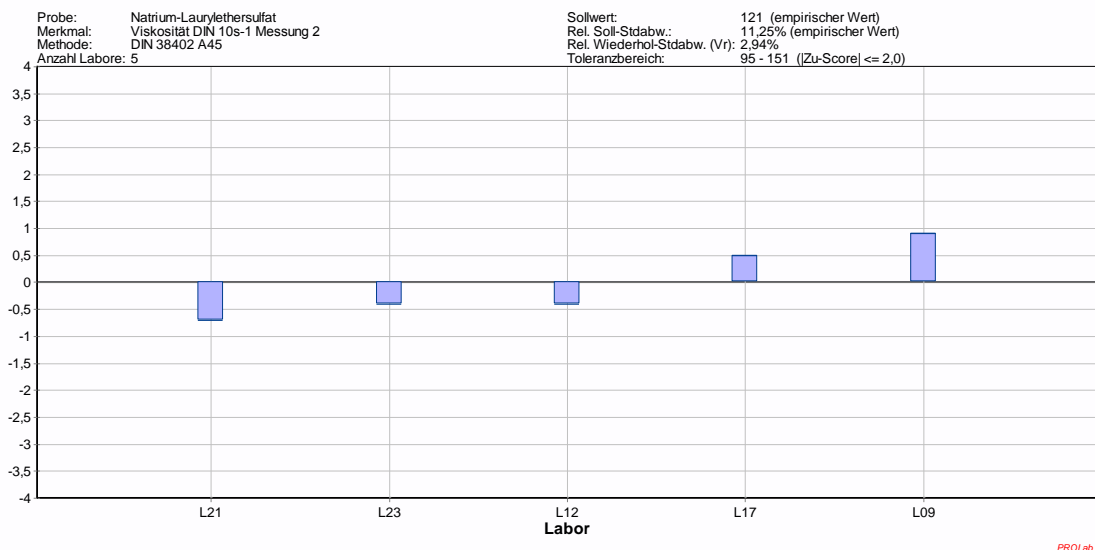


Abbildung 45: Viskosität (10 s⁻¹, zweite Messung) nach DIN 53019, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung

Es wurden beim SLES nur Messungen nach der DIN Methode durchgeführt.

Die Wiederholbarkeit in der Größenordnung von 1 bis 3 % ist als gut zu bewerten. Die Vergleichsstandardabweichung von ca. 10 % ist für DIN Messungen ebenfalls ein recht niedriger Wert. Die bei der ersten Messung bei 10 s^{-1} erzielte Vergleichsstandardabweichung von 25% ist durch das Ergebnis von Labor 22 beeinflusst, das eine falsche Methode verwendet hat.

Auch hier wäre es wünschenswert gewesen, wenn mehr RV Teilnehmer Messungen durchgeführt hätten.



SLES, Ergebnisübersicht waschaktive Substanz

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

Den Parameter WAS bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 27,3 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,09 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,55 %.

Tabelle 24: Messwerte WAS

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

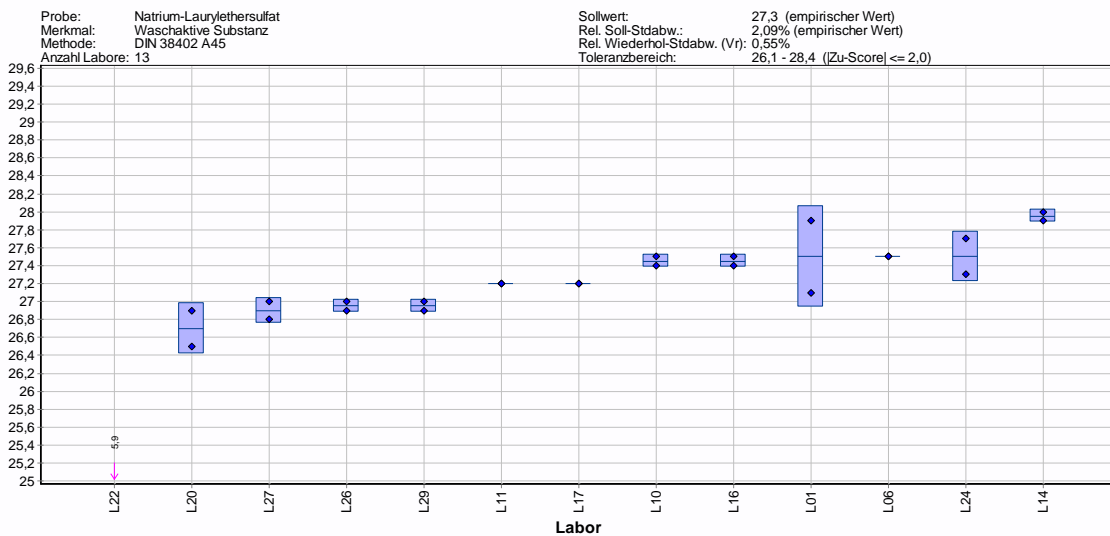


Abbildung 46: WAS, graphische Darstellung der Messwerte

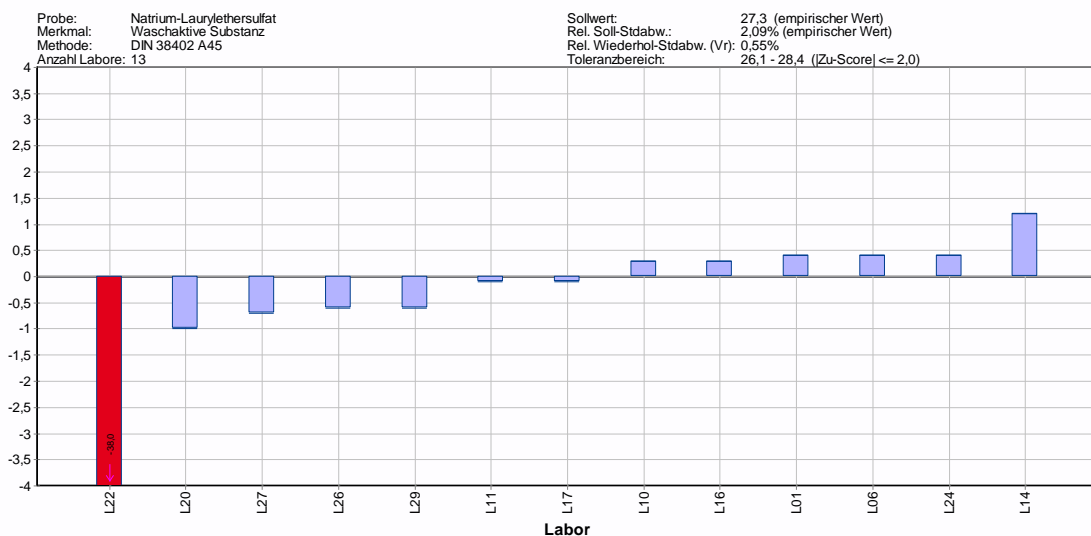


Abbildung 47: WAS, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



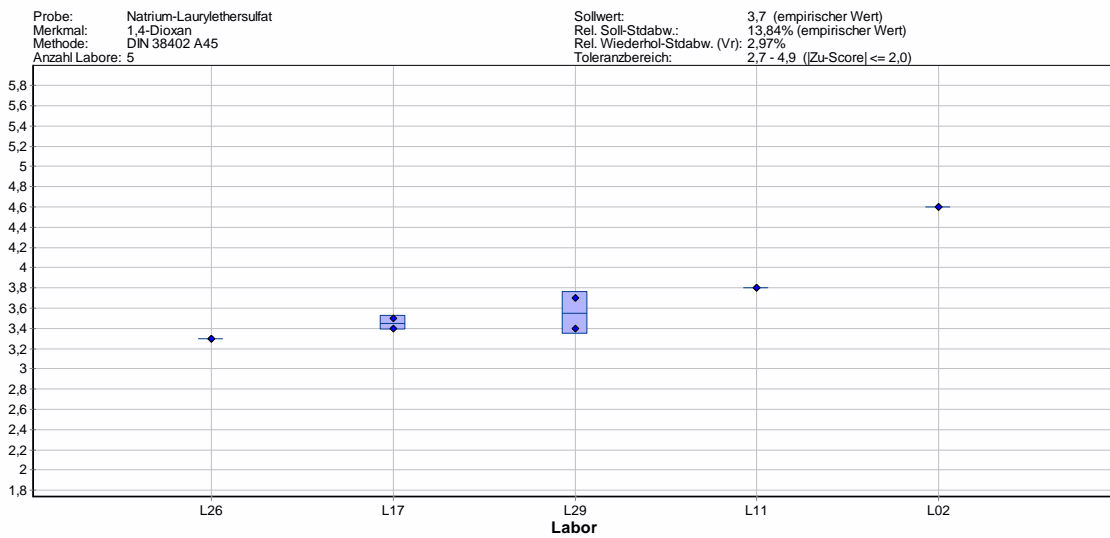
SLES, Ergebnisübersicht 1,4-Dioxan

Zur Bestimmung des 1,4-Dioxangehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisangabe in mg/kg mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter 1,4-Dioxan bestimmten 5 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 3,7 mg/kg, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 13,84 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,97 %.

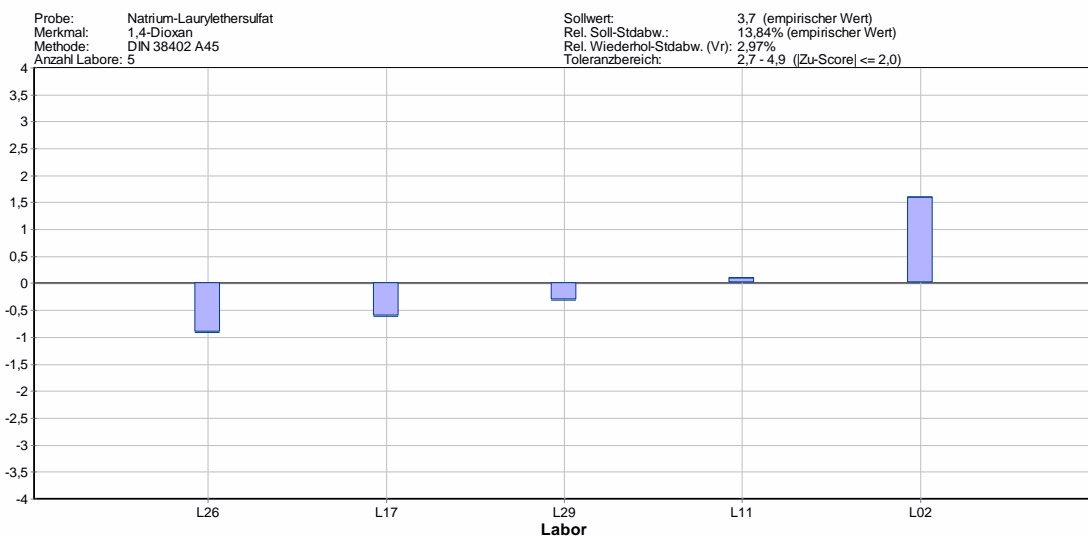
Tabelle 25: Messwerte 1,4-Dioxan

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



PROLab

Abbildung 48: 1,4-Dioxan, Graphische Darstellung der Messwerte



PROLab

Abbildung 49: 1,4-Dioxan, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer

SLES, Ergebnisübersicht Natriumsulfat

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

Den Parameter Natriumsulfat bestimmten 5 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,14 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 21,52 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 21,52 %.

Tabelle 26: Messwerte Natriumsulfat

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

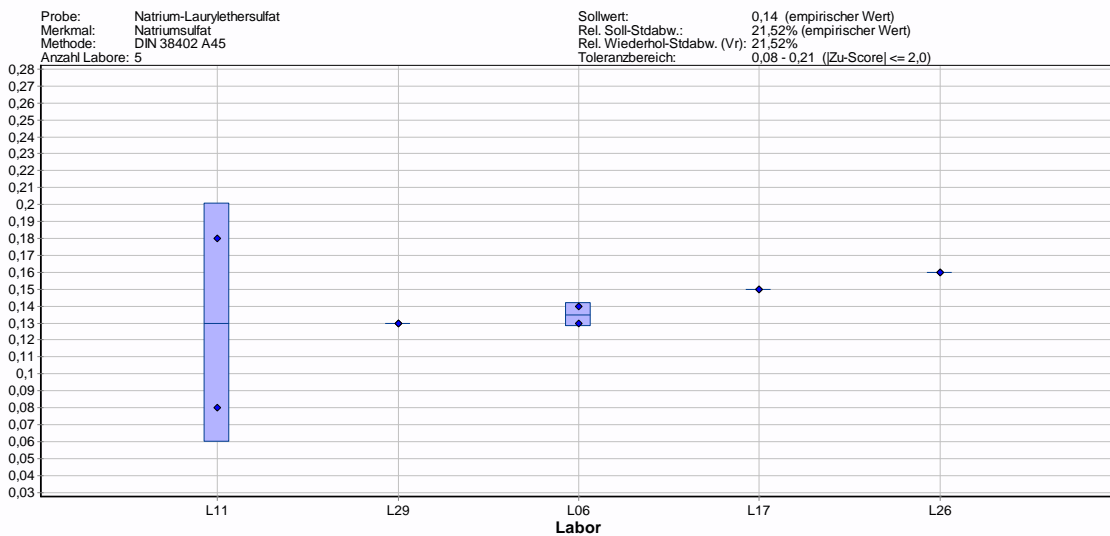


Abbildung 50: Natriumsulfat, graphische Darstellung der Messwerte

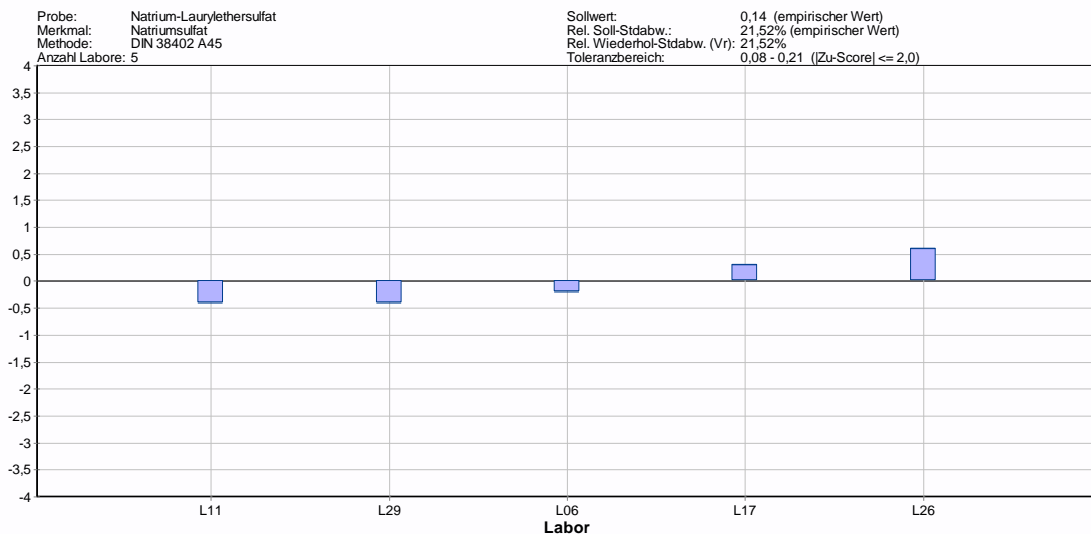


Abbildung 51: Natriumsulfat, graphische Darstellung der Zu-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur SLES-Analytik.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 28,3 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,23 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,46 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 23 Laboratorien teilgenommen, 22 waren erfolgreich

Der Trockenrückstand der SLES Probe konnte von den Teilnehmern mit guter Vergleichsstandardabweichung bestimmt werden. Die Auswertung nach DIN 38402 führt dazu, dass bereits Werte mit kleinen Abweichungen nicht mehr vergleichbar sind.

Dichte

Errechneter Sollwert 1,0418 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,06 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 22 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Es ist auffällig, dass Labore, die die Dichte des Gesichtereinigers relativ hoch bestimmten, dies auch beim SLES taten. In diesem Zusammenhang sollten die Labore L12, L14, L22 und L24 die Kalibrierung ihrer Meßgeräte überprüfen.

Prinzipiell gelten die beim Gesichtereiniger gemachten Kommentare auch hier.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,3695; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,02 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 21 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Labor 8 hat auch den Brechungsindex des Gesichtereinigers zu hoch bestimmt.

pH

Errechneter Sollwert 10,77; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,56 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,24 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 24 Laboratorien teilgenommen, 20 waren erfolgreich

Die Labore 20 und 22 haben großen Unterschied bei der Doppelbestimmung, hier sollte eine Plausibilitätsprüfung vor Abgabe von Ergebnissen erfolgen. Die Labore 14, 24 und 25 gaben deutlich zu hohen Werten ab und sollten ihre Kalibrierungen überprüfen, z.B. ob Kalibrierungen im korrekten pH-Bereich erfolgten.

Farbe

Errechneter Sollwert 23 mgPt/L; rel. Vergleichsstandardabweichung 24,99 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2,85 %.

Wie in vergangenen Ringversuchen zeigt der Parameter Farbe eine sehr hohe Vergleichsstandardabweichung bei gleichzeitig niedriger Wiederholstandardabweichung. Dies deutet auf eine problematische Kalibrierung hin.

Die hohe Vergleichsstandardabweichung führt dazu, dass diesen Parameter nur ein Labor nicht bestanden hat.



Waschaktive Substanz

Errechneter Sollwert 27,3 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,09 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,55 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 13 Laboratorien teilgenommen, 12 waren erfolgreich.

Hier fällt die für diesen Parameter recht hohe Vergleichsstandardabweichung auf. Labor 02 liegt diesem Parameter nur knapp unterhalb des maximal tolerierten Zu-Score von 2.

1,4-Dioxan

Errechneter Sollwert 3,7 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 13,84 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2,97 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 5 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich.

Es fällt der extrem niedrige Wert von Labor 22 auf, hier erfolgte offensichtlich keine Plausibilitätsprüfung der ermittelten Werte gegen die Messungen von Wassergehalt und Trockenrückstand.

Natriumsulfat

Errechneter Sollwert 0,14 g/100g; rel. Vergleichsstandardabweichung 21,52 %, rel. Wiederholstandardabweichung 21,52 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 5 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich

Auch hier fällt die hohe Vergleichsstandardabweichung auf, die ebenfalls sehr hohe Wiederholstandardabweichung wird von Labor 11 dominiert, das extrem unterschiedliche Wiederholungsmessungen einreichte.



Zusammenfassung / Schlussfolgerungen

Die Fachgruppe Analytik konnte die Erfahrungen von bisher 14 Ringversuchen in 15 Jahren nutzen.

Insgesamt können diesmal 23 Teilnehmer auf einen erfolgreich abgeschlossenen Ringversuch stolz sein.

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

Hier einige Beispiele:

- Offensichtliche „Zahlendreher“ und andere Übertragungsfehler in den Angaben.
- Verwendung sehr ungenauer Methoden, z.B. Spritze 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.
- Gemessener Anteil an waschaktiver Substanz von 6% bei 28% gemessenem Trockenrückstand, einem WAS-Gehalt von (20-30)% laut beigefügtem MSDS und einer Spezifikation von (26,5-27,5)%.

Der Ringversuch 2018 ist in Vorbereitung. Für Anregungen, Wünsche und konstruktive Kritik ist die Fachgruppe immer offen. Bitte wenden Sie sich hierfür an die DGK Geschäftsstelle, die die Anregungen an die Fachgruppe weitergeben wird.

Bad Homburg / Düsseldorf

März 2018

Lothar Gehm und Björn Klotz

Anhang

Zusammengefasste Ergebnisse der teilnehmenden Labore.

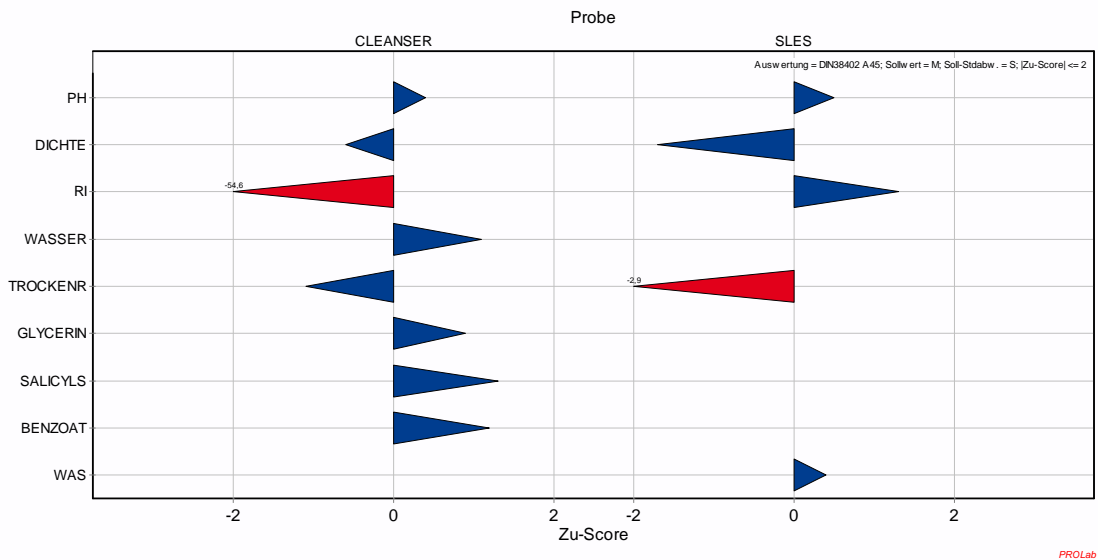


Abbildung 52: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 01 (bestanden)

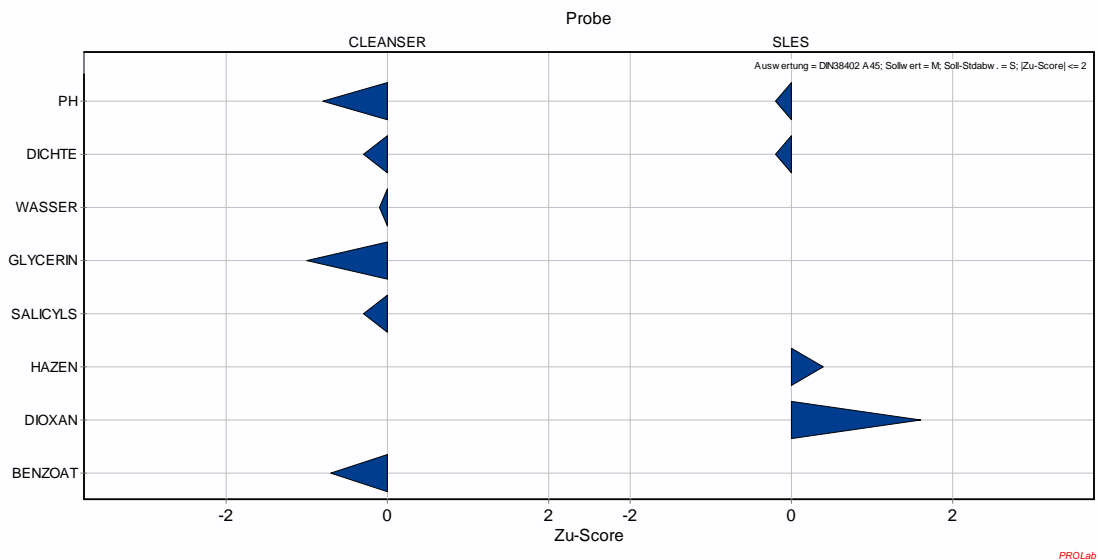


Abbildung 53: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 02 (bestanden)

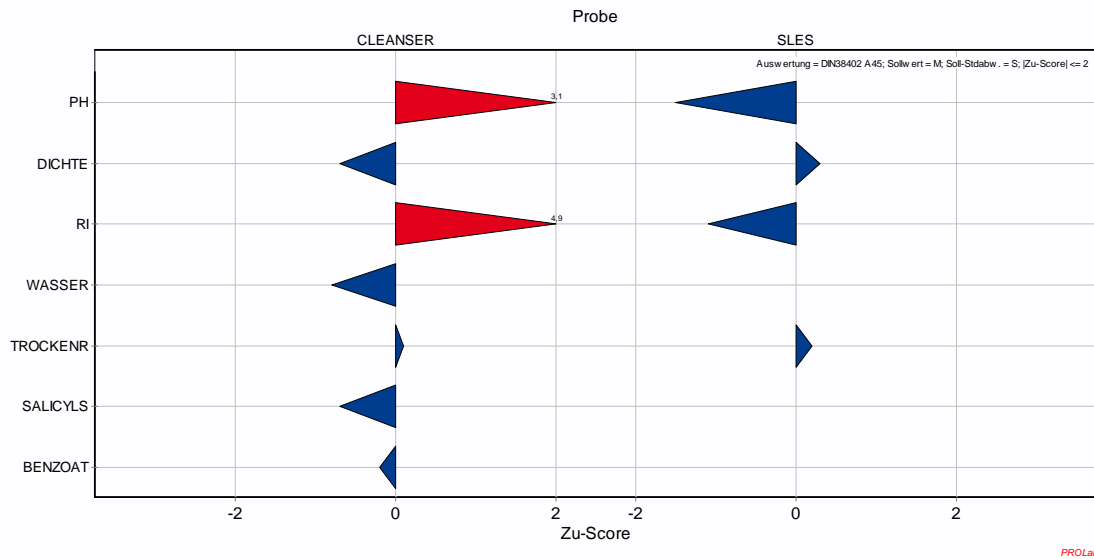


Abbildung 54: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 03 (bestanden)

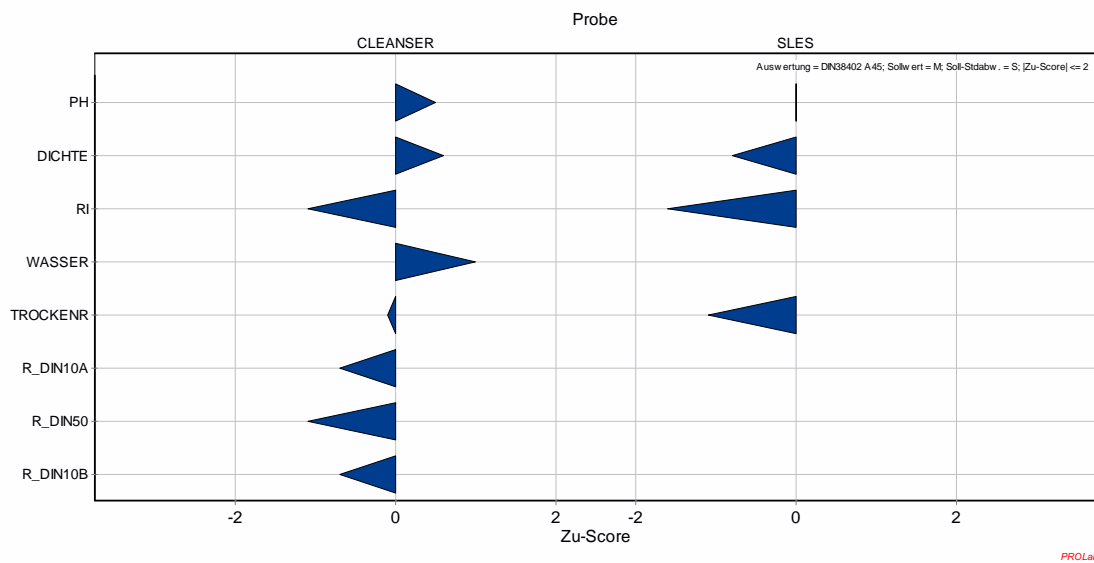


Abbildung 55: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 05 (bestanden)

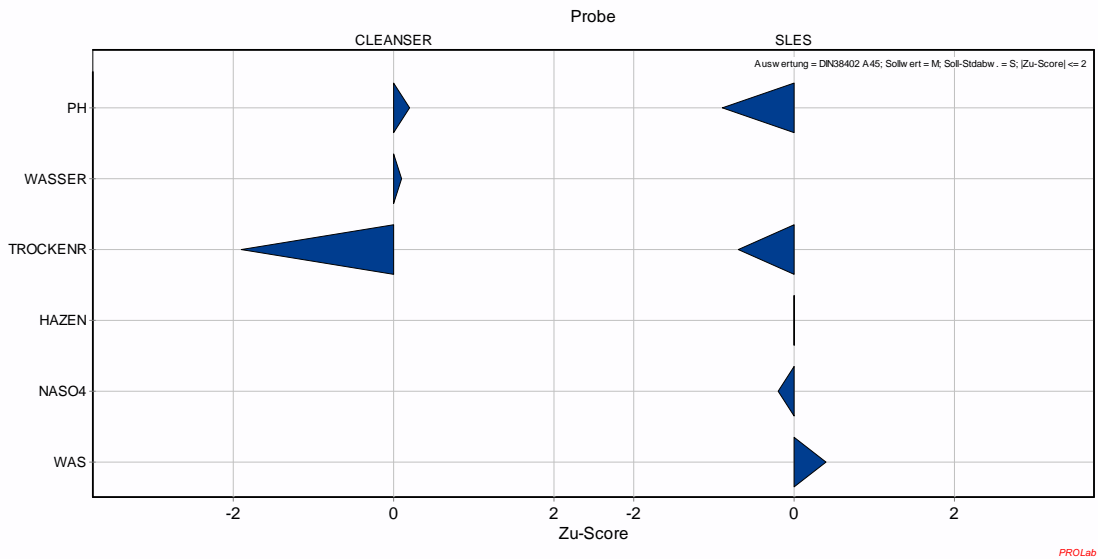


Abbildung 56: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 06 (bestanden)

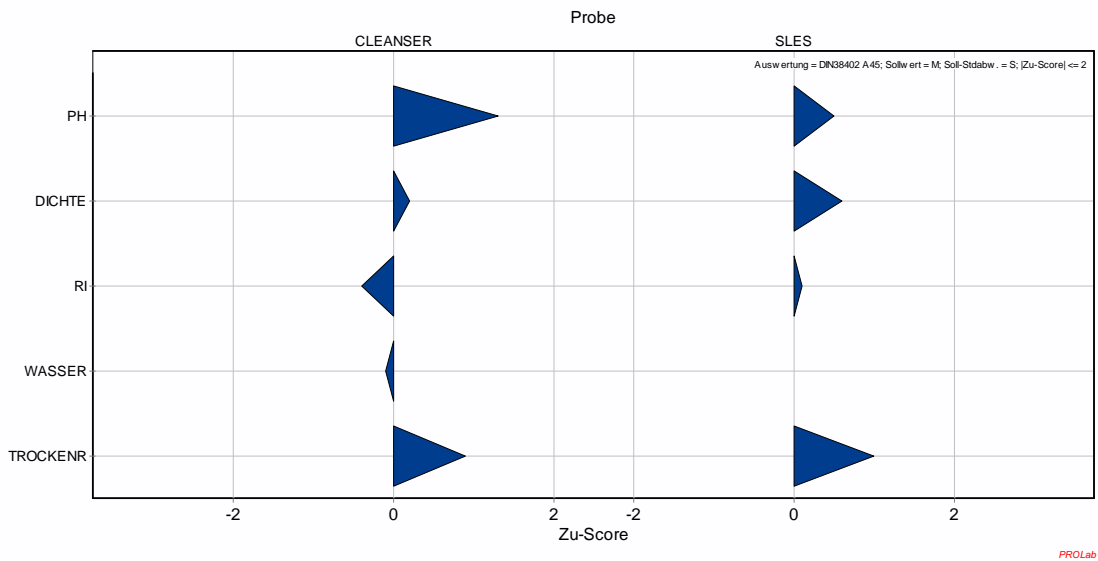


Abbildung 57: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 07 (bestanden)

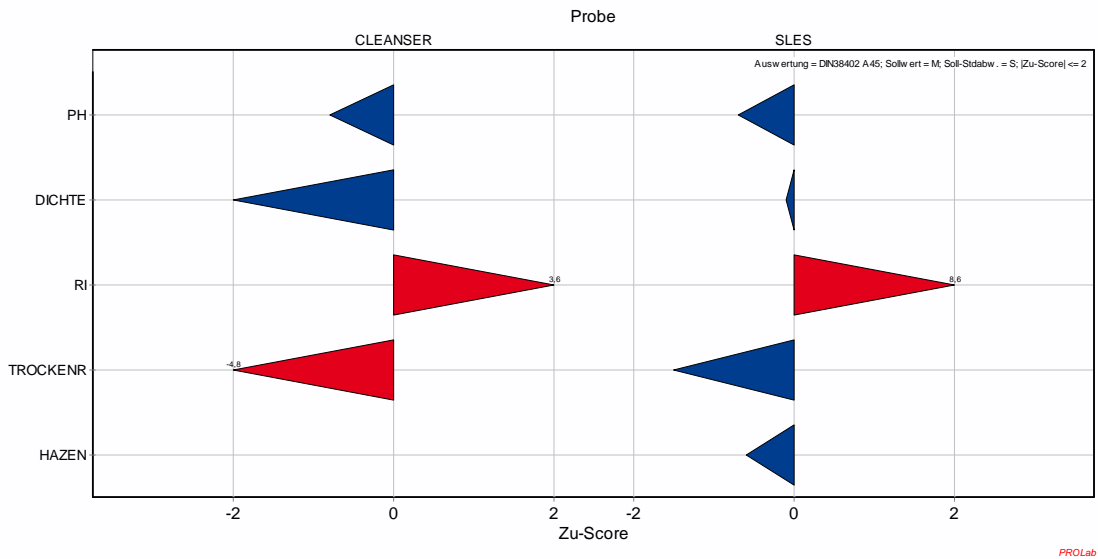


Abbildung 58: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 08 (nicht bestanden)

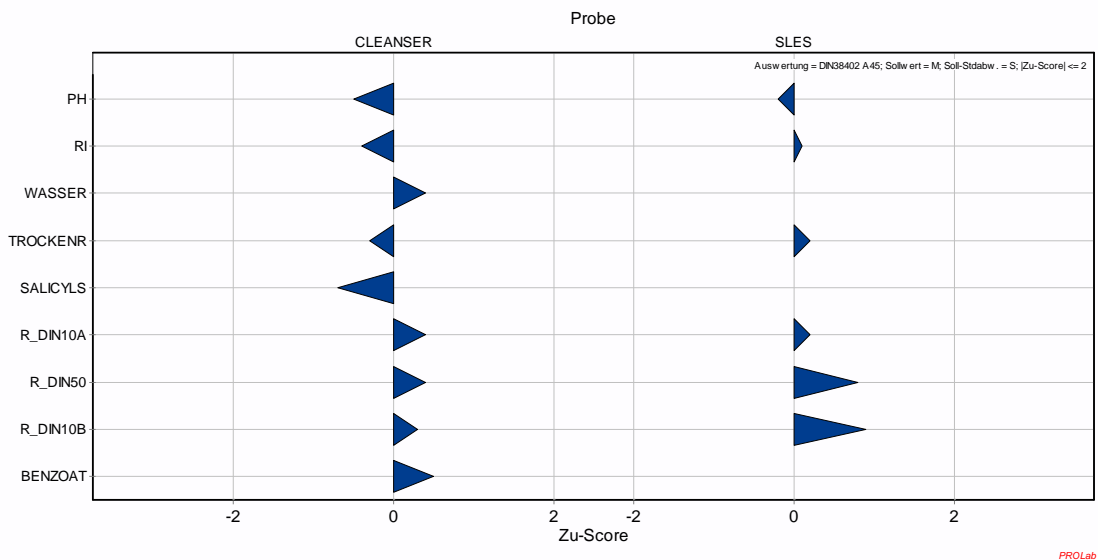


Abbildung 59: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 09 (bestanden)

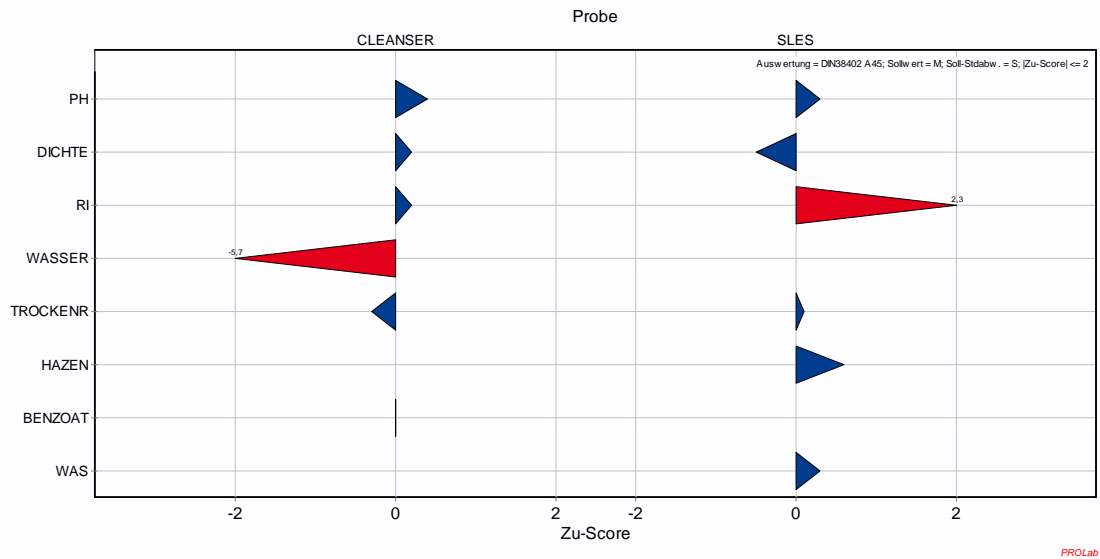


Abbildung 60: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 10 (bestanden)

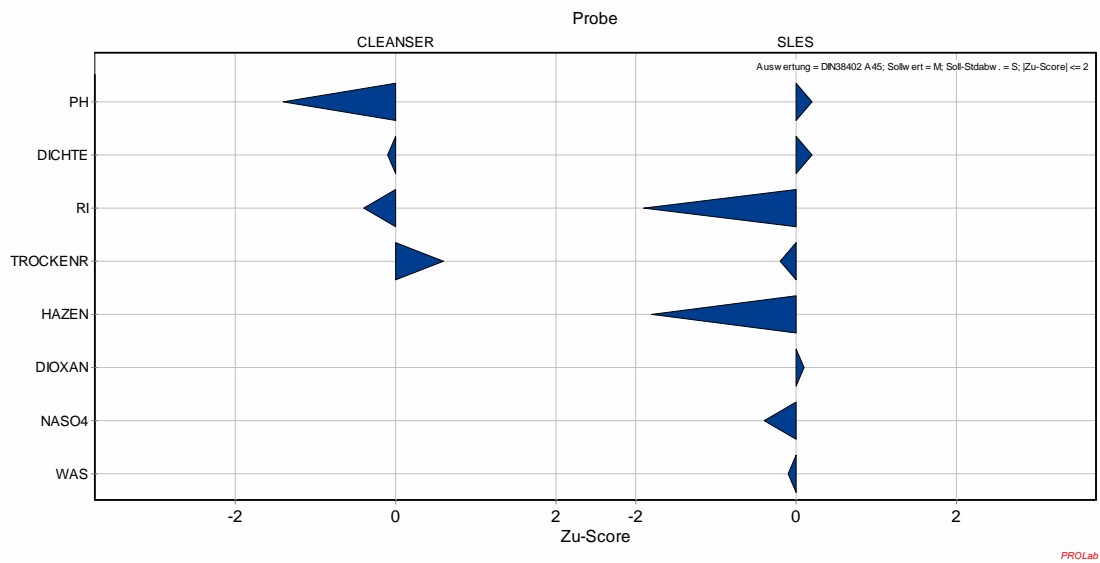


Abbildung 61: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 11 (bestanden)

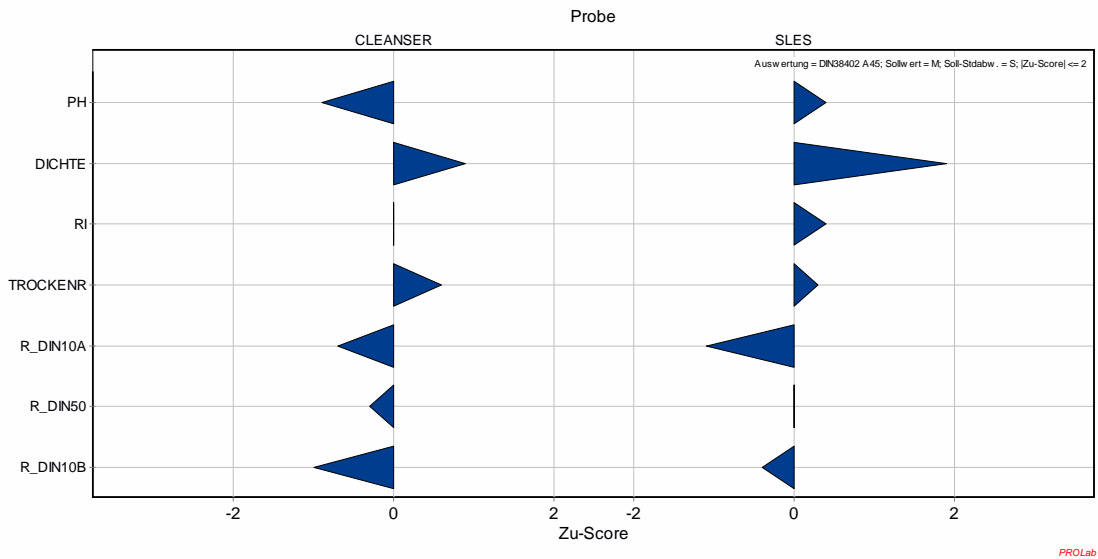


Abbildung 62: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 12 (bestanden).

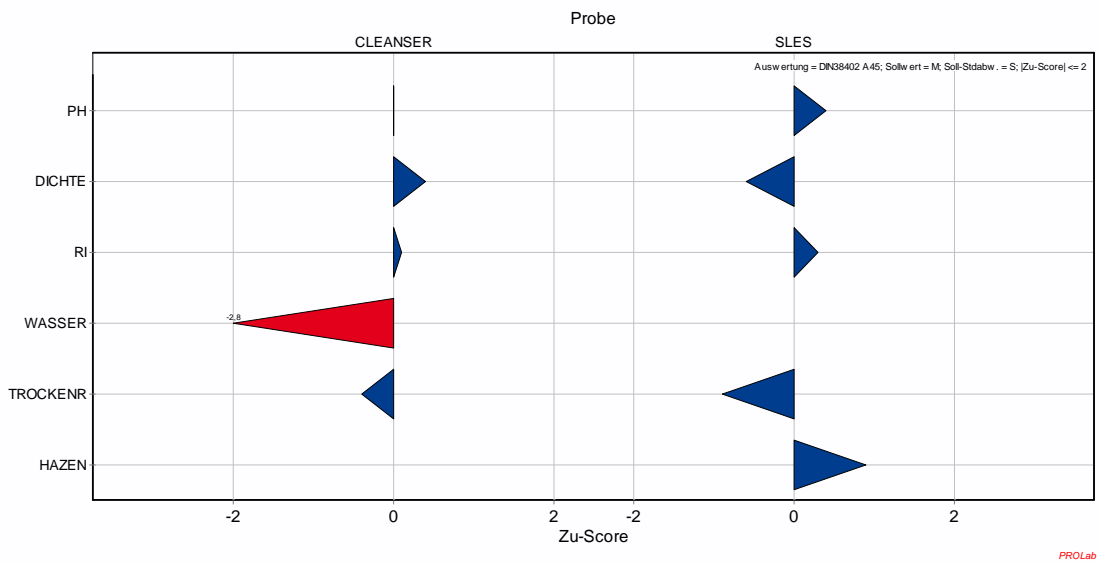


Abbildung 63: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 13 (bestanden)

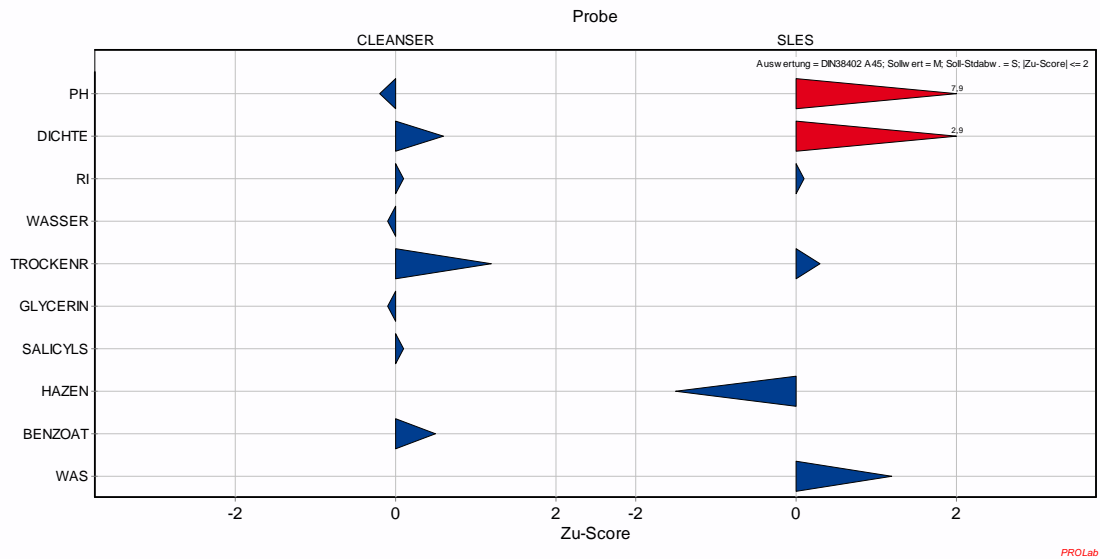


Abbildung 64: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 14 (bestanden)

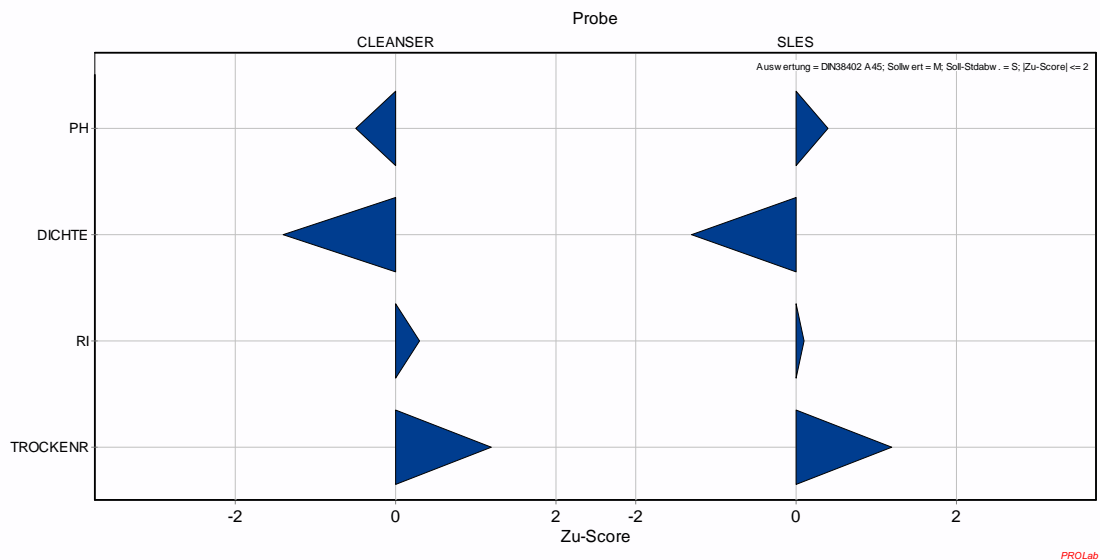


Abbildung 65: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 15 (bestanden)

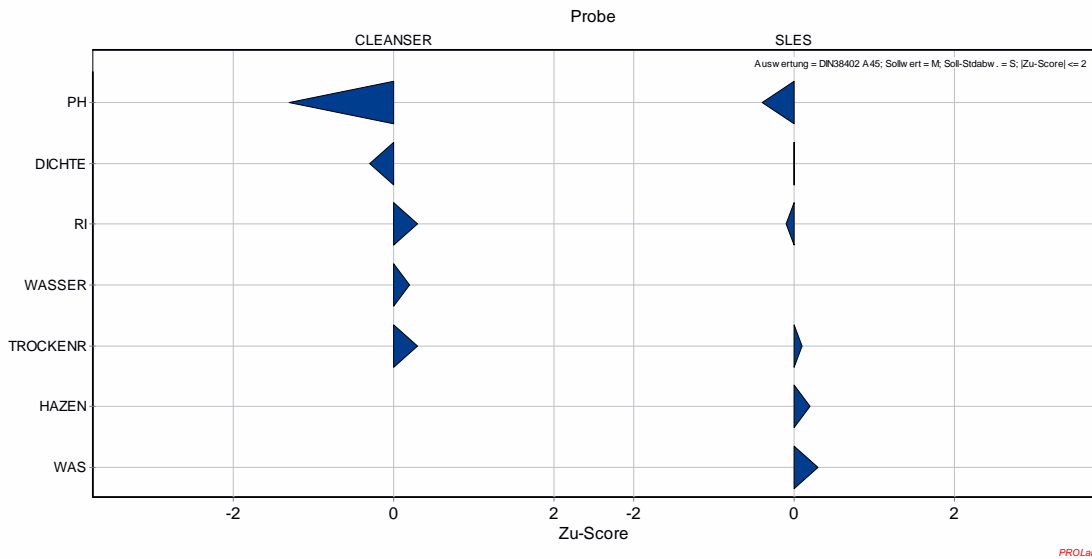


Abbildung 66: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 16 (bestanden)

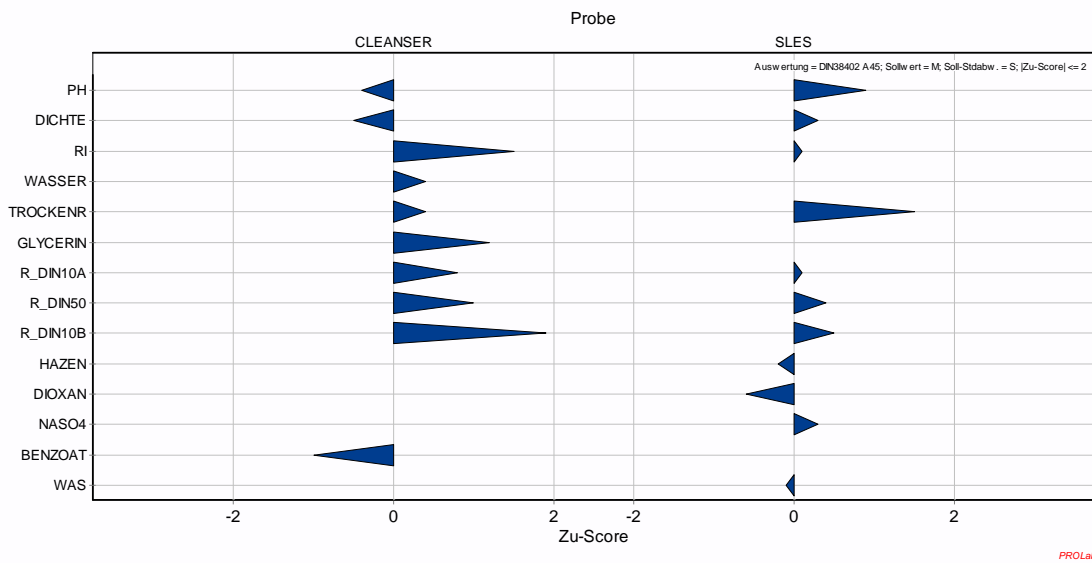


Abbildung 67: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 17 (bestanden)

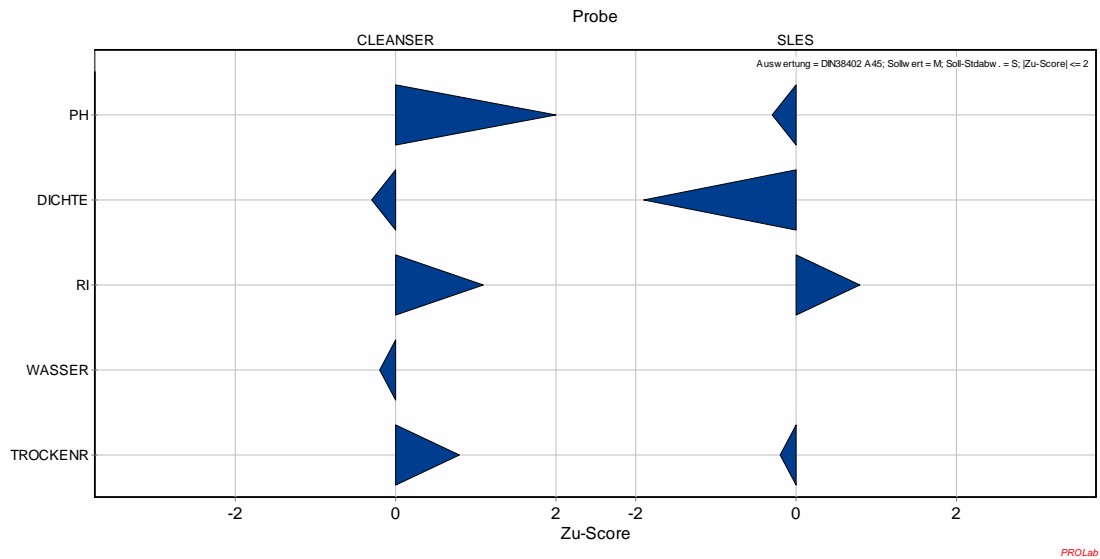


Abbildung 68: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 18 (bestanden)

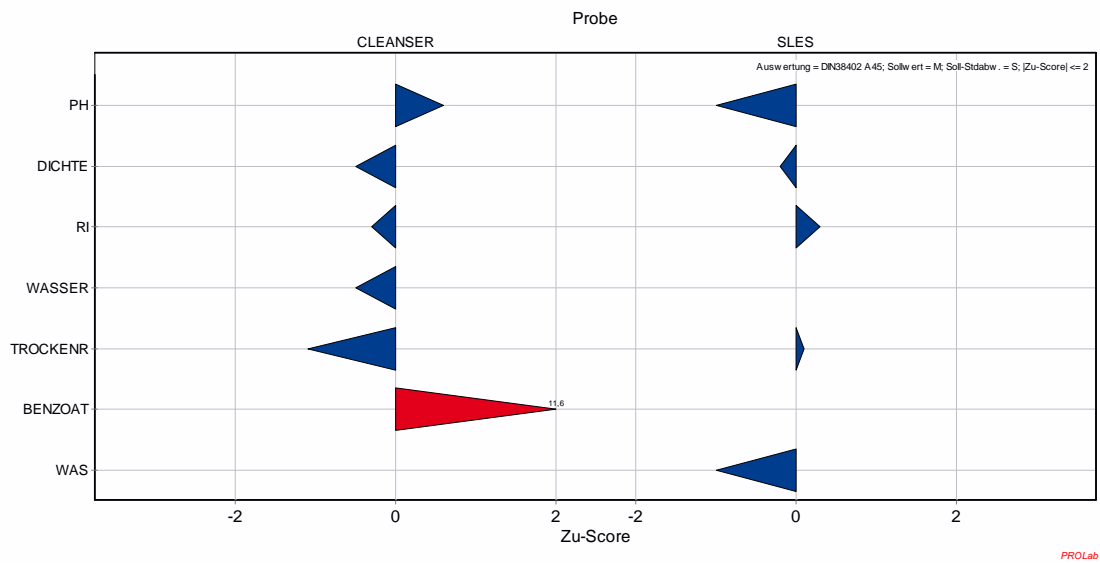


Abbildung 69: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 20 (bestanden)

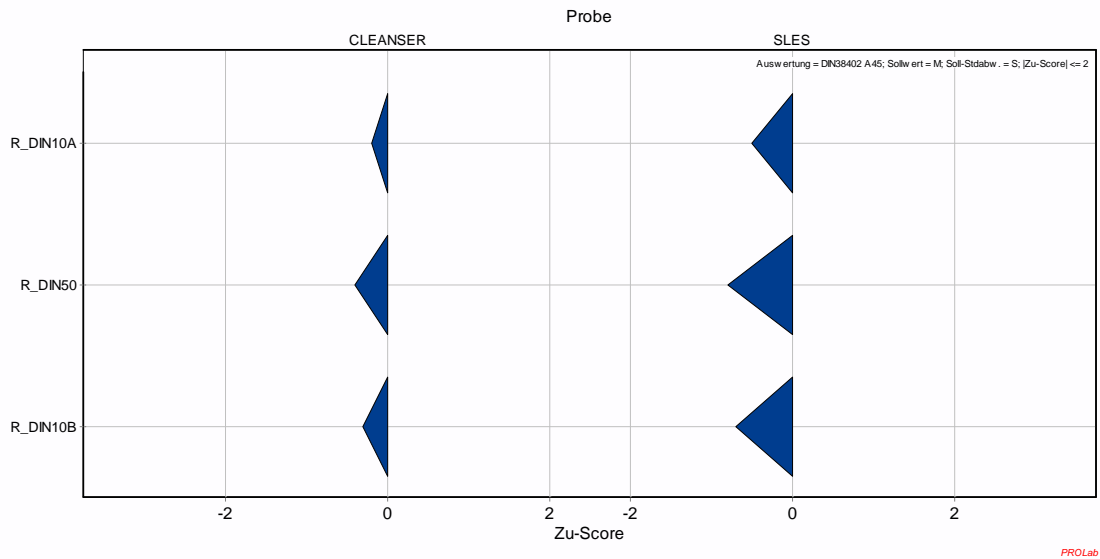


Abbildung 70: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 21 (bestanden)

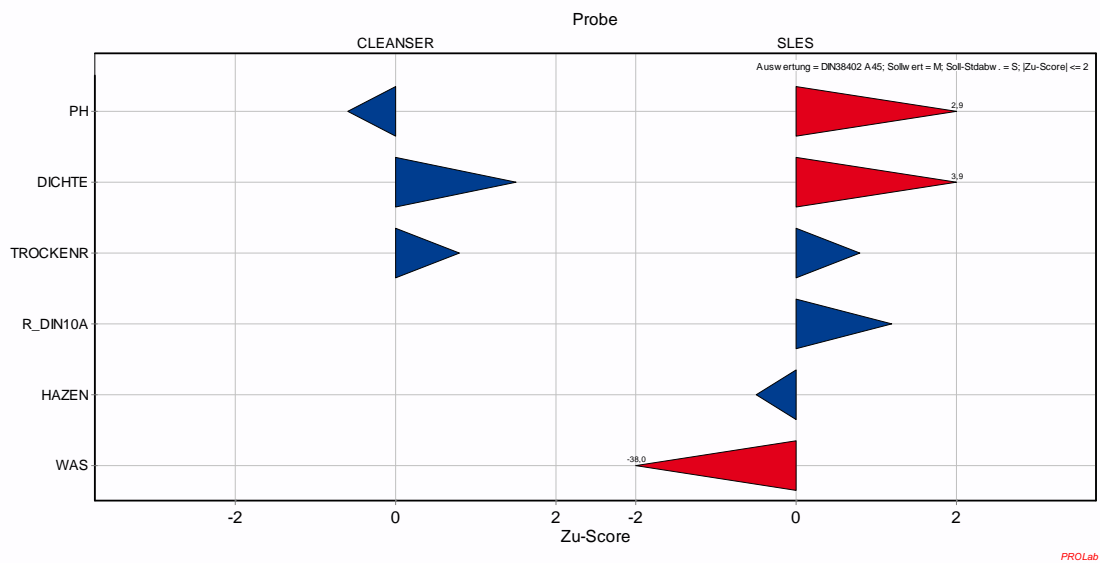


Abbildung 71: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 22 (nicht bestanden). Bei diesem Labor wurde der Parameter „Viskosität nach DIN 53019 (10 s^{-1})“ als nicht bestanden gewertet, da eine nicht DIN konforme Messung durchgeführt wurde.

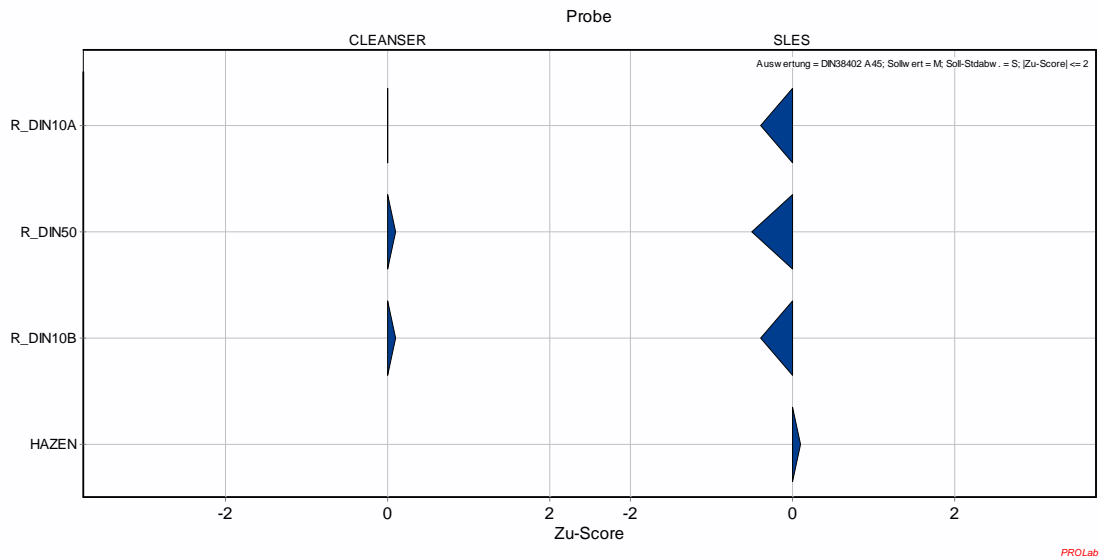


Abbildung 72: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 23 (bestanden)

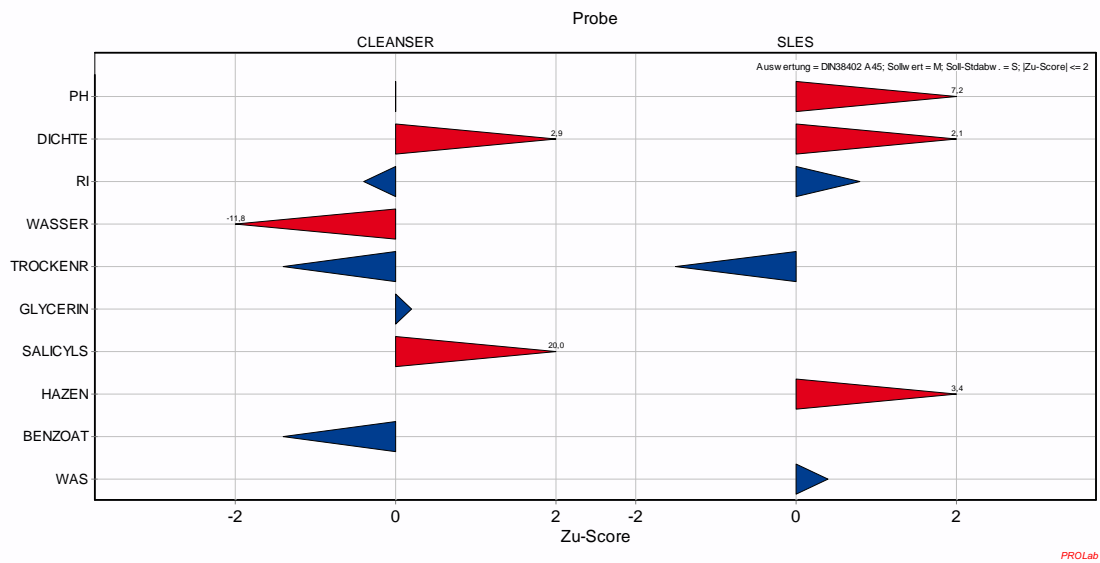


Abbildung 73: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 24 (nicht bestanden)

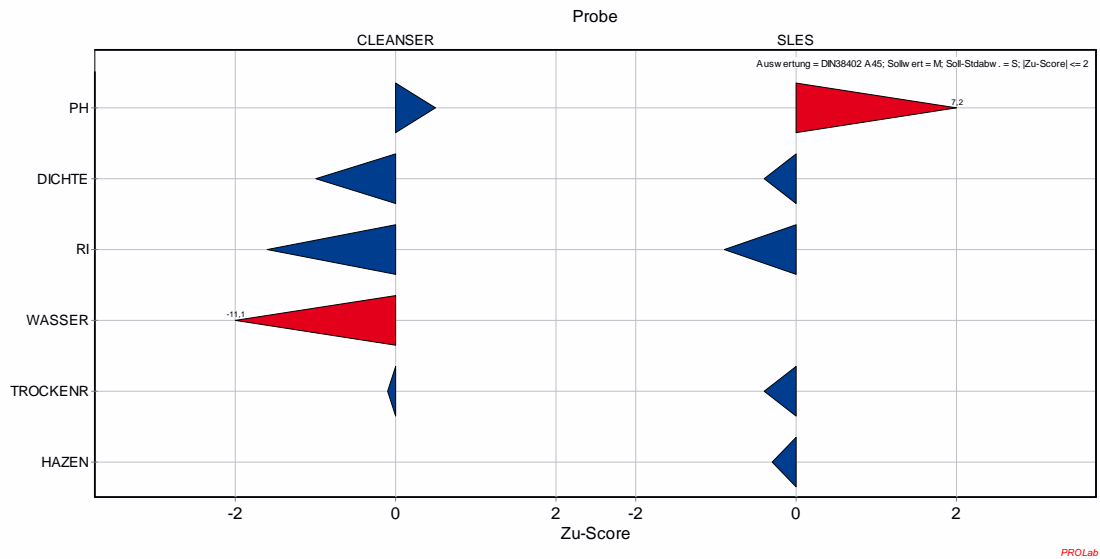


Abbildung 74: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 25 (bestanden)

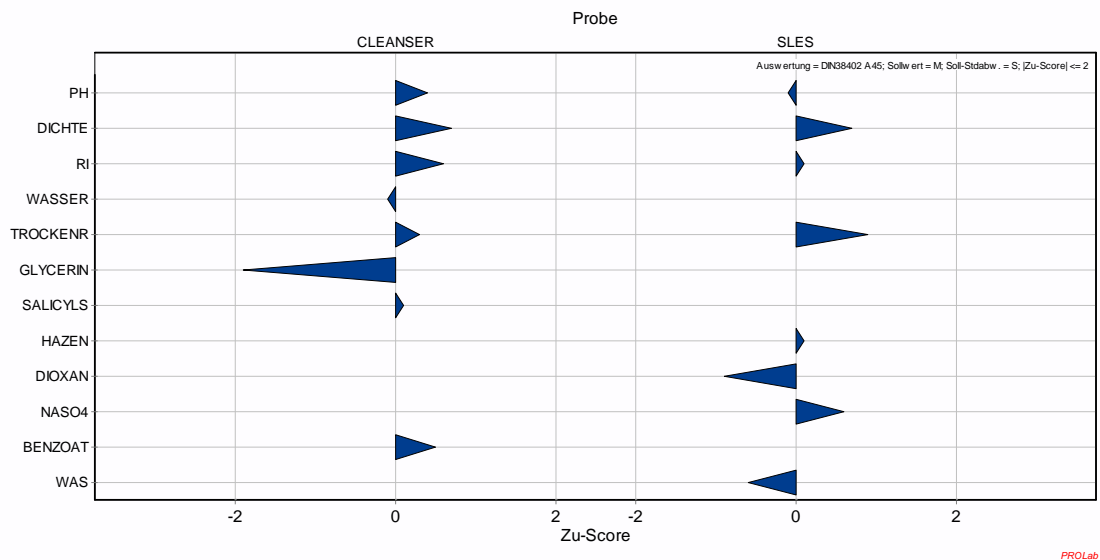


Abbildung 75: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 26 (bestanden)

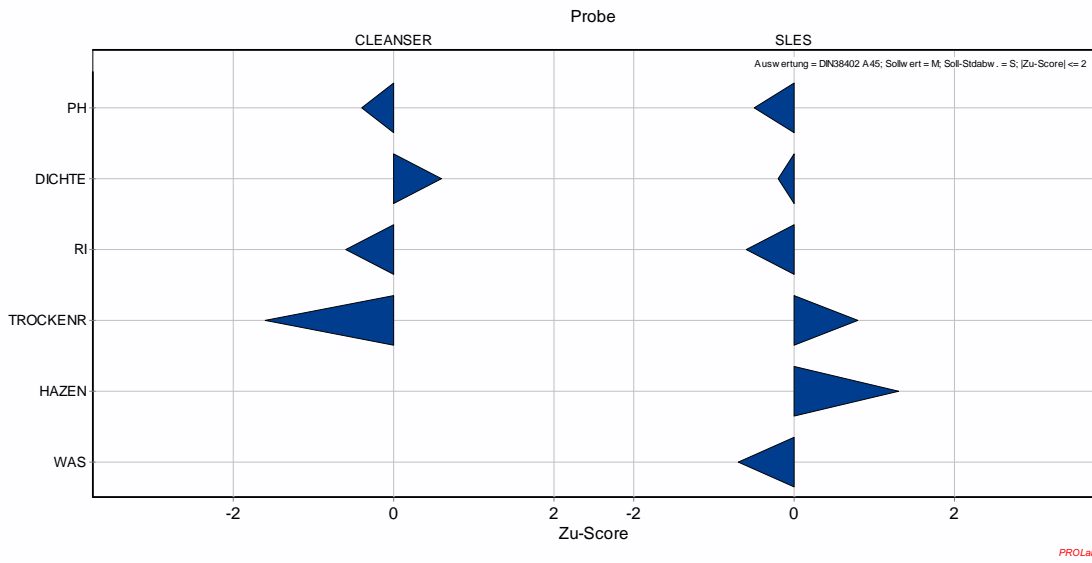


Abbildung 76: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 27 (bestanden)

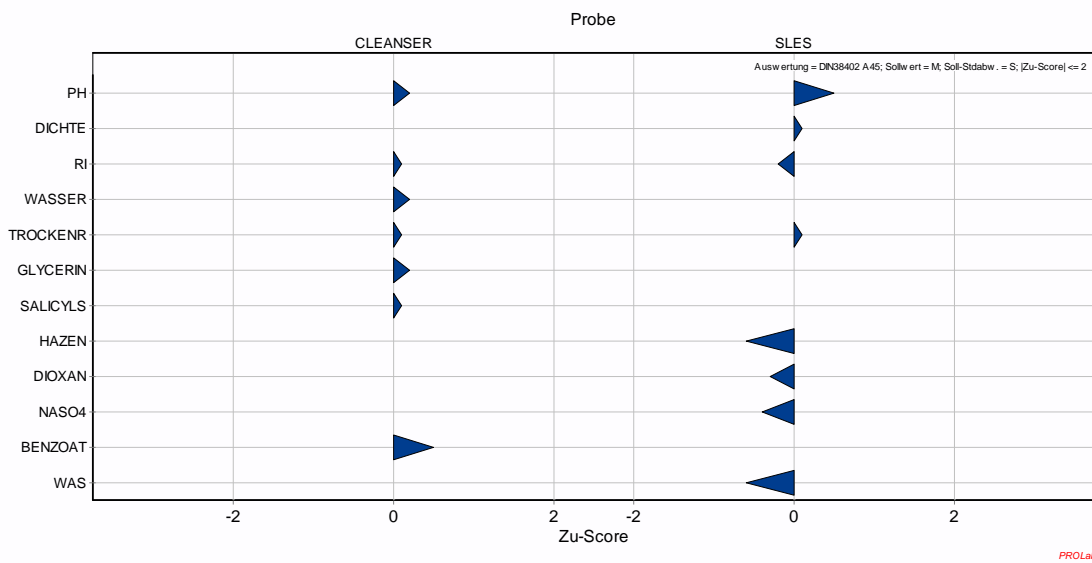


Abbildung 77: Zusammengefasste Ergebnisse von Labor 29 (bestanden)