



Ringversuch 2012

Bestimmung physikalisch-chemischer Parameter in einer Gesichtscreme und in einem Rohstoff

Durchgeführt von der Fachgruppe IX
der DGK

Düsseldorf, 11. Februar 2013



Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	2
Allgemeines	3
Voraussetzungen und statistische Auswertung der Messwerte	3
Zusammenfassung und Ausblick	6
Erläuterung zur Ergebnisübersicht	8
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	9
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Wasser-Gehalt	10
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht pH-Wert	11
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Dichte	12
Kommentar der Fachgruppe zur Bestimmung der „klassischen“ physiko-chemischen Parameter der Gesichtscreme	13
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Rheologie	15
Messwerte A) bei 10 s ⁻¹ (auf)	16
Messwerte B) bei 50 s ⁻¹	17
Messwerte C) bei 10 s ⁻¹ (ab)	18
Kommentar der Fachgruppe zur Viskositäts-Bestimmung	19
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Tocopheryl Acetate	20
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol	21
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Methylparaben	22
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Ethylparaben	23
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Panthenol	24
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Caffeine	25
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Allantoin	26
Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Ubiquinone	27
Kommentar der Fachgruppe zur chromatographischen Bestimmung der Wirkstoffe	28
Rohstoff, Ergebnisübersicht Trockenrückstand	30
Rohstoff, Ergebnisübersicht pH-Wert	31
Rohstoff, Ergebnisübersicht Dichte	32
Rohstoff, Ergebnisübersicht Brechungsindex	33
Rohstoff, Ergebnisübersicht Zitronensäure	34
Kommentar der Fachgruppe zur Rohstoff-Analytik	35
Zusammenfassung / Schlussfolgerungen	36



Allgemeines

In den letzten Jahren wurden durch die Fachgruppe acht 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 2012 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_i -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. Untersucht wurden diesmal eine Gesichtsscreme und ein Rohstoff. Sowohl die Gesichtsscreme als auch der Rohstoff wurden durch Mitglieder der Fachgruppe aus der laufenden Produktion 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 „Gesichtsscreme“:

Trockenrückstand, Wassergehalt, pH-Wert, Dichte, Viskosität, Tocopheryl Acetate-, Phenoxyethanol-, Methylparaben-, Ethylparaben-, Panthenol-, Caffeine-, Allantoin- und Ubiquinone-Gehalt.

Ringversuch „Rohstoff“:

Trockenrückstand, pH-Wert, Dichte, Brechungsindex, Zitronensäure-Gehalt.

Wie schon bei vorherigen Ringversuchen wurde der Ringversuch 2012 als Laborvergleichsuntersuchung konzipiert und diente nicht der Validierung von Prüfmethoden. Daher wurden den Teilnehmern nur die zur Durchführung notwendigsten Angaben zu Prüfmethoden vorgegeben.

Der Probenversand wurde im Mai 2012 vorgenommen, die Bearbeitung der Proben in den Laboren erfolgte dann bis 31. Juli 2012. Die statistische Auswertung des Ringversuchs erfolgte ab August 2012.

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 (+ = zuviel 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 Wiederholstandardabweichung 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 2013 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. Zwei Labore haben lediglich die rheologischen Messwerte bestimmt und daher nur drei Ergebnisse abgegeben. Sie können daher bei der Zertifikatsauswertung nicht berücksichtigt werden, die entsprechenden Ergebnisse sind blau eingefärbt.

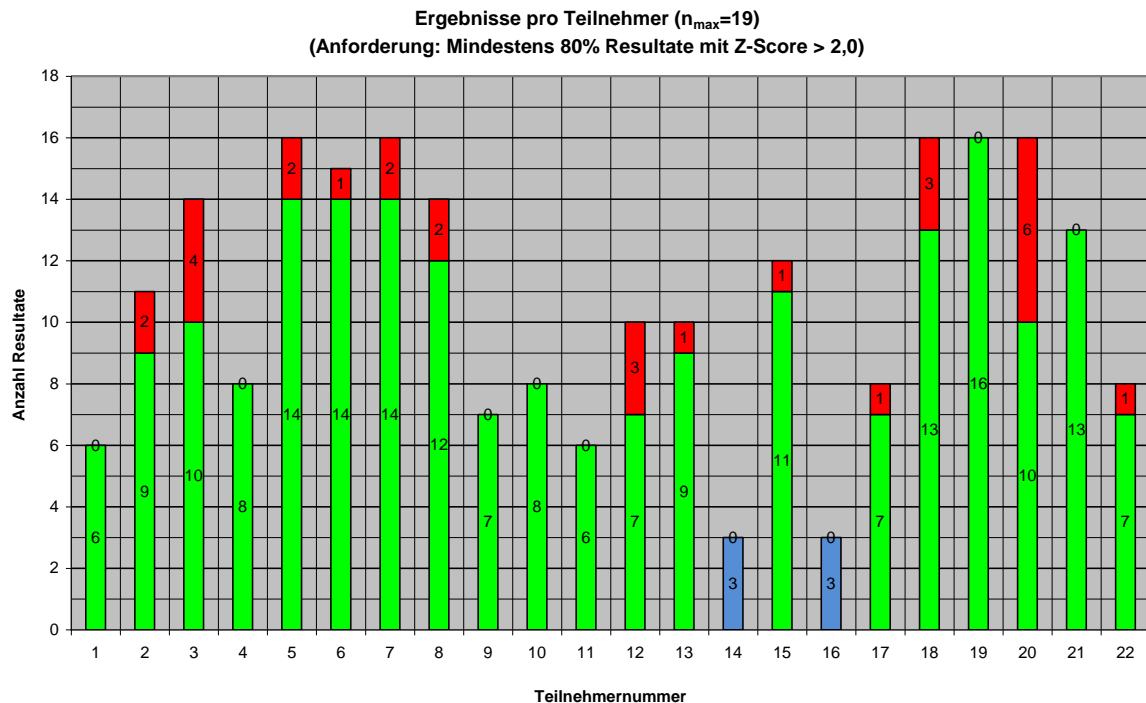


Bild 1. Ergebnisse pro Teilnehmer

17 von 22 teilnehmende Laboren haben den Ringversuch erfolgreich abgeschlossen, 7 davon haben alle abgegebenen Ergebnisse richtig, im Sinne der zugrundeliegenden Auswertung, bestimmt. Drei Labore konnten die geforderten 80% richtige Ergebnisse nicht erreichen.

Das hier dargestellte positive 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 <2,0) in blau und die „falschen“ Ergebnisse in rot dargestellt.

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

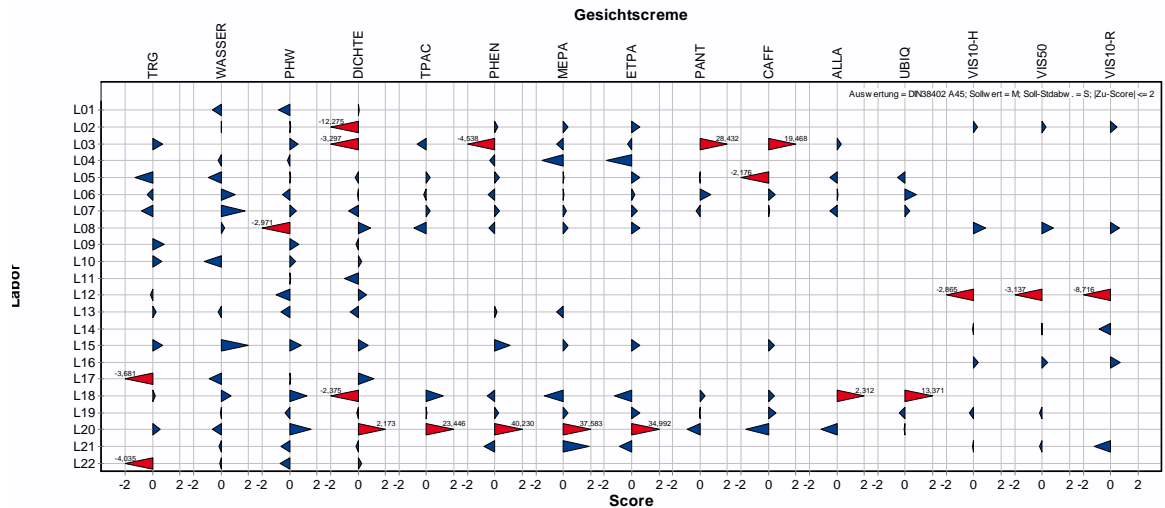


Bild 2. Zu-Scores pro Parameter; Matrix Gesichtsscreme

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

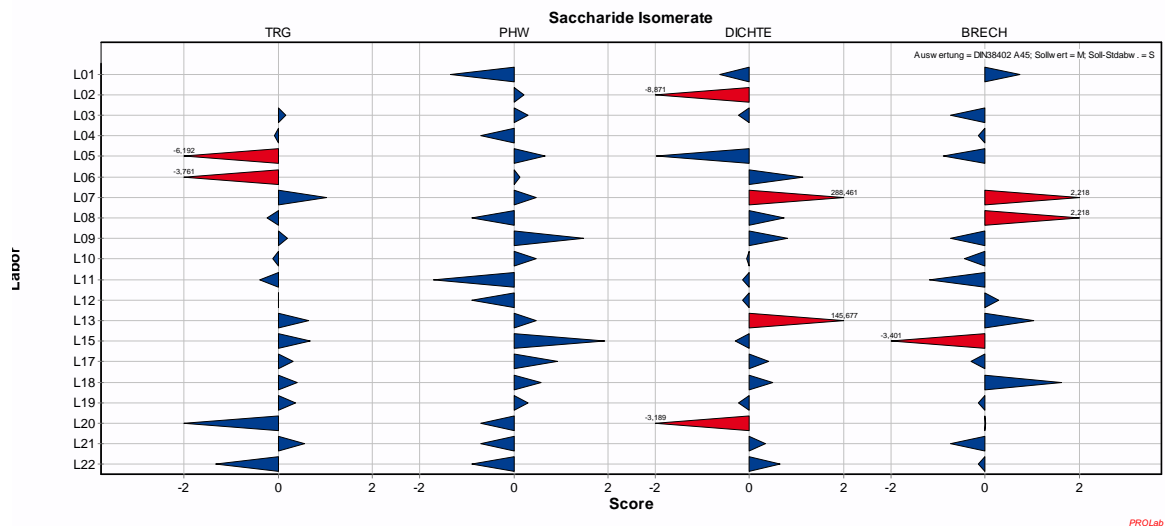


Bild 3. Zu-Scores pro Parameter; Matrix Rohstoff

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. Vergleichsstandardabweichung und der rel. Wiederholstandardabweichung. 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 rot unter Angabe des genauen Z_u Scores. Zur besseren Übersicht (manche Z_u Scores sind deutlich größer als 2) ist die graphische Lage auf +/- 2 begrenzt.

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

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

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 28,0 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 16 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1 %.

Tabelle 1. Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)			31,6		22,8	26,4	24,7		32,1	31,3	
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)	27,4	29,1		31,4		13,0*	29,0		30,6		11,5*

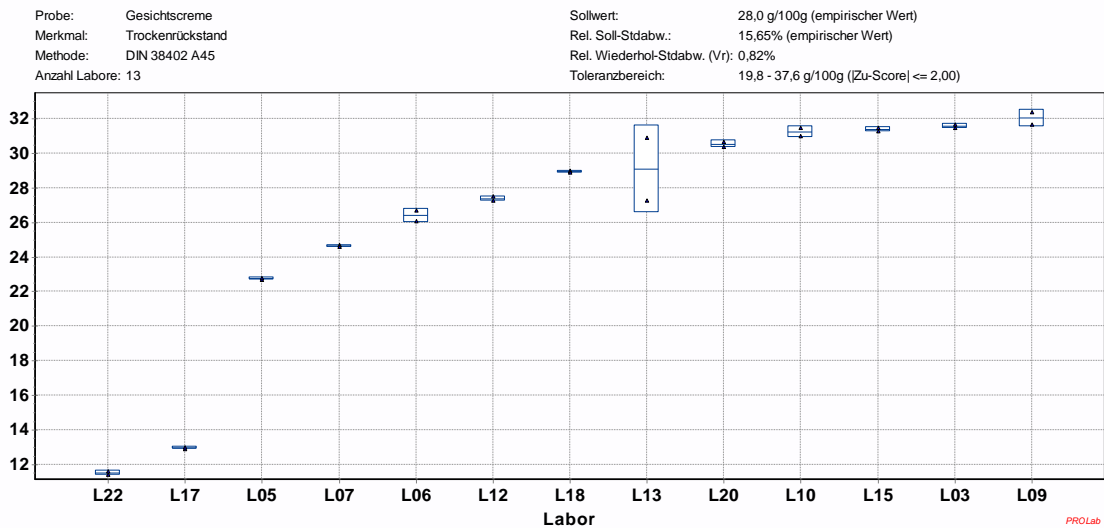


Bild 4. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

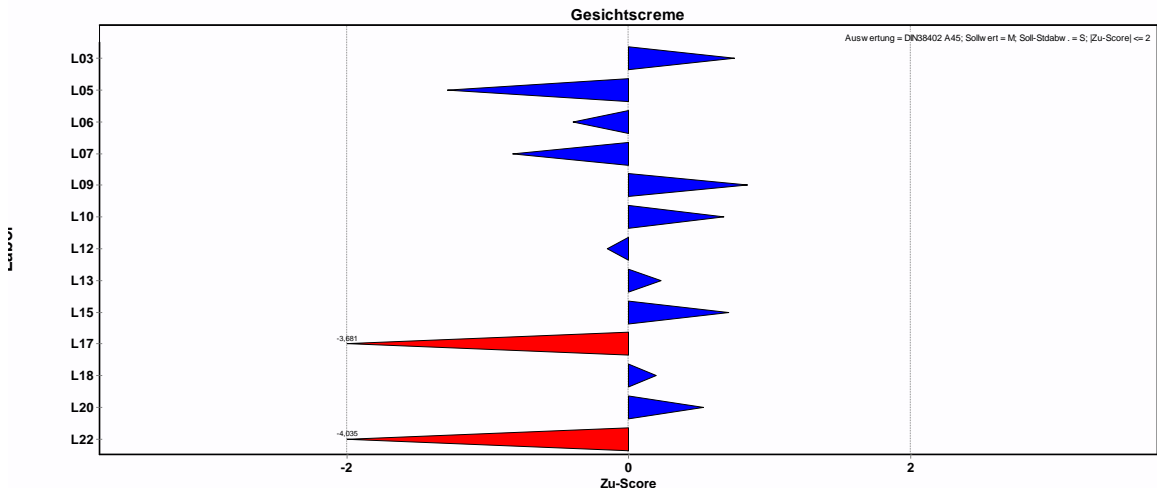


Bild 5. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Zu-Scores

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Wasser-Gehalt

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

Den Parameter Wassergehalt bestimmten 16 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 68,0 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,7 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Tabelle 2. Messwerte Wasser-Gehalt

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)	67,3	68,0		67,8	67,0	69,2	70,0	68,3		66,6	
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)		67,8		70,4		67,0	68,9	68,0	67,3	67,8	67,9

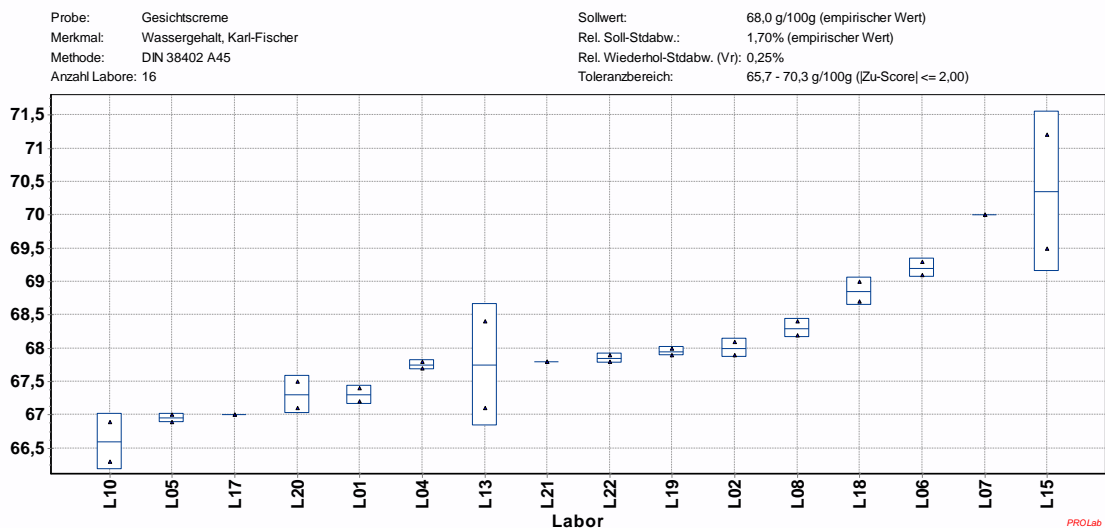


Bild 6. Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Messwerte

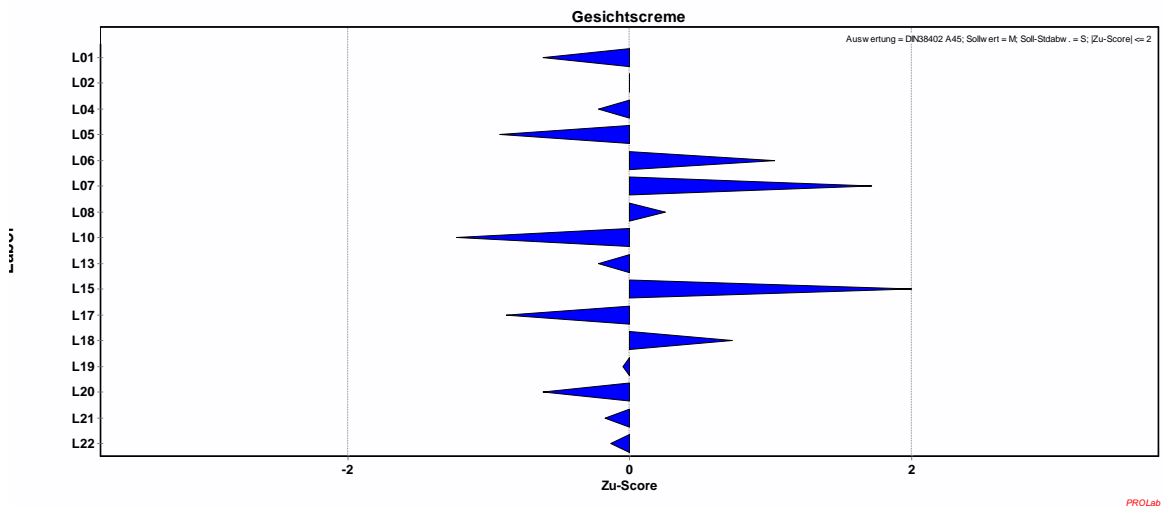


Bild 7. Wasser-Gehalt, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 6,66, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,9 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Tabelle 3. Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert	6,62	6,67	6,70	6,65	6,67	6,63	6,69	6,49*	6,70	6,69	6,67
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert	6,61	6,63		6,71		6,67	6,74	6,64	6,75	6,63	6,62

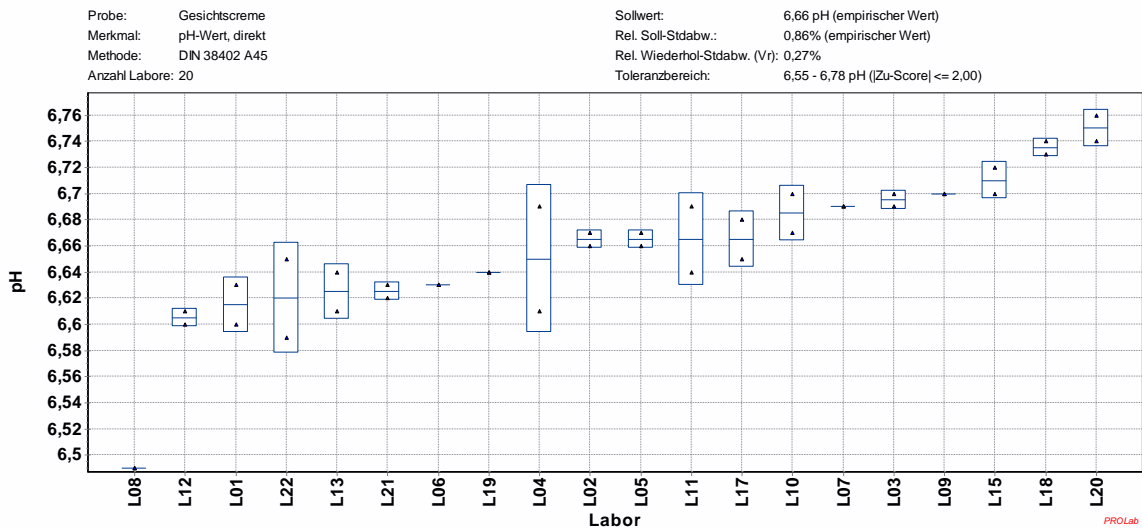


Bild 8. pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

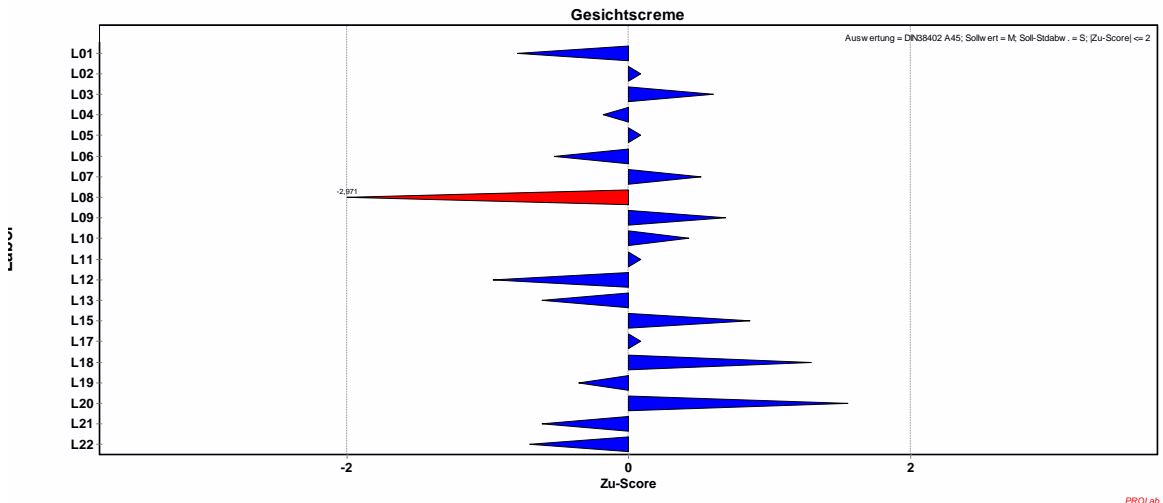


Bild 9. pH-Wert, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 19 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,0334 g/ml, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,08 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,02 %.

Tabelle 4. Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/ml)	1,0335	1,0235*	1,0308*		1,0333	1,0334	1,0329	1,0342	1,0333	1,0337	1,0327
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/ml)	1,0340	1,0330		1,0341		1,0344	1,0315*	1,0334	1,0352*	1,0333	1,0337

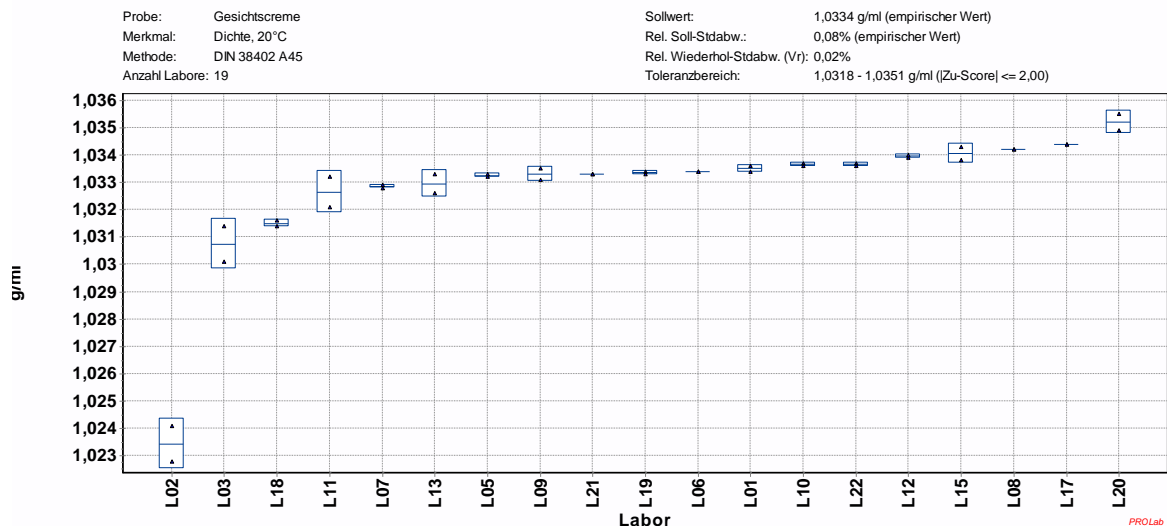


Bild 10. Dichte, graphische Darstellung der Messwerte

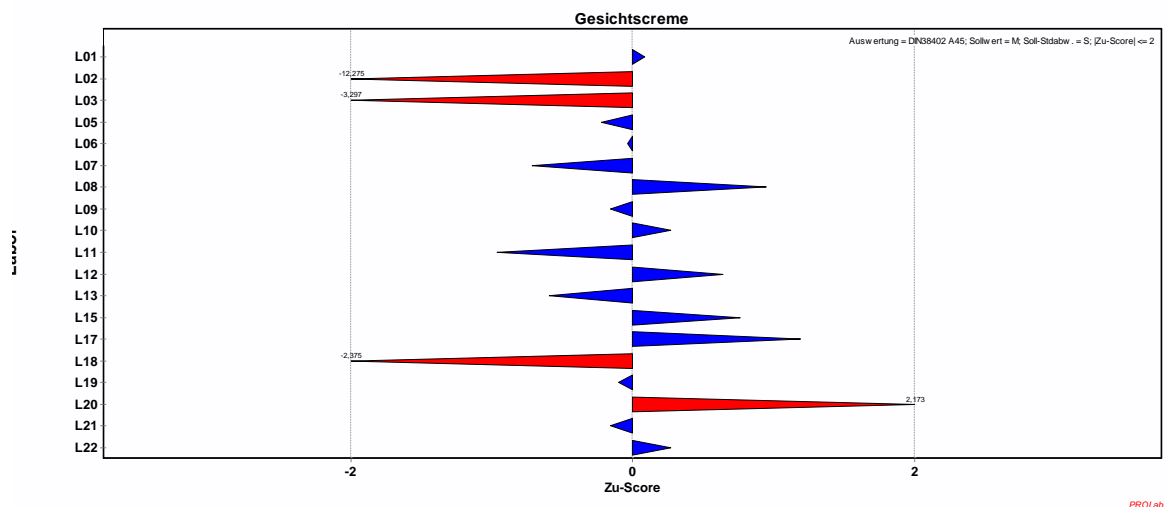


Bild 11. Dichte, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

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

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 28,0 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 16 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 13 Laboratorien teilgenommen, 11 waren erfolgreich

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse zwischen den Laboratorien ist unbefriedigend (Rel. Vergleichsstandardabweichung 16%). Im Gegensatz dazu konnten die einzelnen Laboratorien den Parameter mit guter Reproduzierbarkeit bestimmen (Rel. Wiederholstandardabweichung 1 %). Offensichtlich führen die von den Laboren verwendeten unterschiedlichen Messbedingungen zu den unterschiedlichen Ergebnissen. Der Parameter wurde bei vielen Laboratorien mit von den Vorgaben abweichenden Bedingungen gemessen, z.B. Messgerät (Trockenschrank, Halogentrockner), Messtemperatur (120 °C), Einwaage (2g) und Messzeit (2h, 8h). Es konnte jedoch keine Abhängigkeit der Messwerte von den gewählten Messbedingungen erkannt werden.

Die Messwerte scheinen sich einem Grenzwert von ca. 32 g/100g anzunähern (s. Bild 4). Dies legt die Vermutung nahe, dass bei einigen Laboren nicht bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wurde. Im Vergleich zur Trockenrückstandsbestimmung des Rohstoffes sind die Ergebnisse der rel. Vergleichsstandardabweichung der Gesichtsscreme deutlich schlechter. Bei der Gesichtsscreme spielt offensichtlich die komplexe Matrix eine wesentliche Rolle. Wenn dieser Parameter als Qualitätskriterium zwischen unterschiedlichen Parteien verwendet werden soll (z.B. Auftraggeber und Lohnhersteller), so muss im Vorhinein geprüft werden, ob vergleichbare Ergebnisse bei den Parteien erzielt werden

Wassergehalt

Errechneter Sollwert 68,0 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,7 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 16 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich

Bei der Bestimmung des Wassergehaltes der Gesichtsscreme wurde von einigen Ringversuchsteilnehmern auf die Schwierigkeiten des LöSENS bei der Probenvorbereitung hingewiesen. Manche Laboratorien haben aus diesem Grund keinen Messwert abgegeben, da sie offensichtlich nicht sicher waren den korrekten Wert ermitteln zu können. Die Fachgruppe hält dieses Vorgehen für eine gute Praxis, da kein fundiertes Ergebnis angegeben werden kann. Andere Laboratorien haben die Problematik erwähnt, aber dennoch einen Messwert abgegeben. Dieser wurde dann auch in der Auswertung berücksichtigt.

pH-Wert

Errechneter Sollwert 6,66; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,9 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, 19 waren erfolgreich

Labor 8 hat den pH-Wert bei der Gesichtsscreme nicht richtig bestimmt. Dies sollte von dem Labor zum Anlass genommen werden die verwendete pH-Methode zu überprüfen. Ansonsten liefert die pH-Wert Bestimmung zufrieden stellende Ergebnisse.



Dichte

Errechneter Sollwert 1,0334 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,08 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,02 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 19 Laboratorien teilgenommen, 15 waren erfolgreich

Labor 2 hat die Dichte sowohl bei der Gesichtsscreme als auch beim Rohstoff deutlich zu niedrig bestimmt. Dies sollte von dem Labor zum Anlass genommen werden die verwendete Dichte-Bestimmung auf einen systematischen Fehler zu überprüfen. Auch die anderen Laboratorien die diesen Parameter nicht korrekt bestimmen konnten, sollten prüfen ob die Wartung und Kalibrierung der Geräte ordnungsgemäß durchgeführt wird.

Bis auf den Parameter Trockenrückstand wurden von den Teilnehmern gut vergleichbare Ergebnisse mit zufriedenstellender rel. Vergleichsstandardabweichung erzielt.

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Rheologie

Vorgegeben war die Bestimmung der Viskosität in mPa*s einer Gesichtsscreme bei 20°C. Entweder sollte die Messung nach DIN 53019 oder mit einem Brookfield Gerät bei 10 s⁻¹ und 50 s⁻¹ und wieder bei 10 s⁻¹ erfolgen.

Teilgenommen am Ringversuch haben 11 Labore, davon haben 7 Labore nach DIN und 4 Labore mit einem Brookfield Gerät gemessen.

Ein Labor gab die Werte in der falschen Einheit an, in Pas und nicht in mPas wie gefordert und fiel daher aus der Gesamtwertung.

Festzustellen ist jedoch, dass die Messergebnisse die mit Brookfield Geräten ermittelt wurden im Mittel zwischen 216% und 300% über den Messergebnissen der DIN Messungen liegen. Einzelne Abweichungen gehen bis in den Bereich von 950%.

Die Messungen nach DIN wurden mit koaxialen Zylinder-, mit Kegel / Platte- und mit Platte / Platte Messgeometrien durchgeführt.

Hierbei liegt die Streubreite dieser Messergebnisse zwischen -18,2% und 36,2% Abweichung vom Mittelwert, d.h. die Abweichung vom Mittelwert in mPas liegt zwischen -3232 mPas und 6435 mPas.

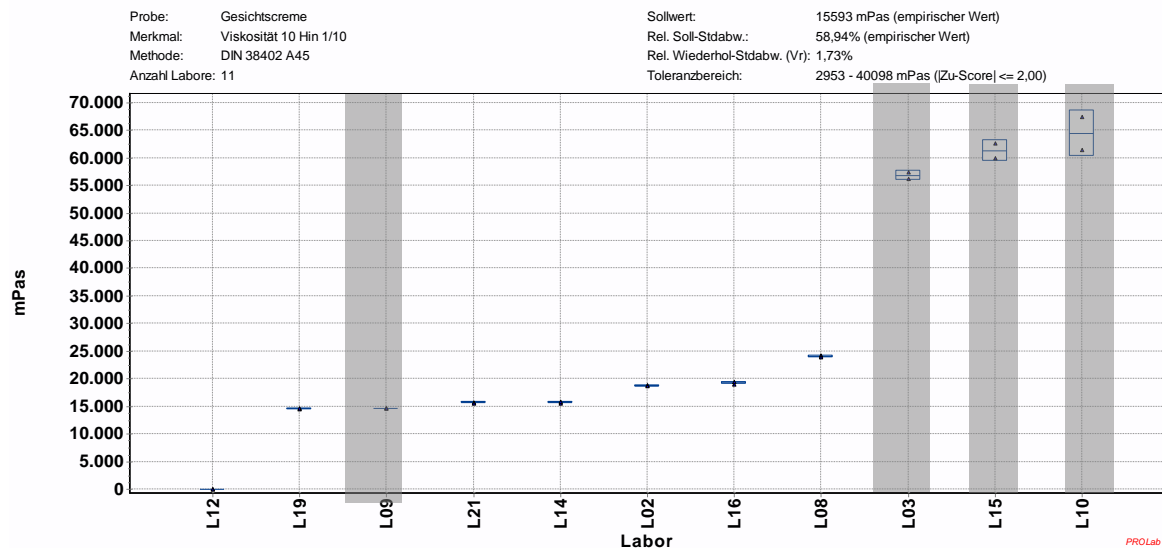


Bild 12. Viskosität (10 s⁻¹, auf), graphische Darstellung aller Messwerte, Brookfield Ergebnisse sind mit grauen Balken hinterlegt

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

Messwerte A) bei 10 s⁻¹ (auf)

Labor	10 auf	auf 10 auf
2	18800	18700
8	24204	23875
12	16	17
14	15918	15586
16	19064	19439
19	14537	14696
21	15766	15632

(Angaben im mPas)

Der aus der Software errechnete Sollwert liegt hier bei 16297 mPas.

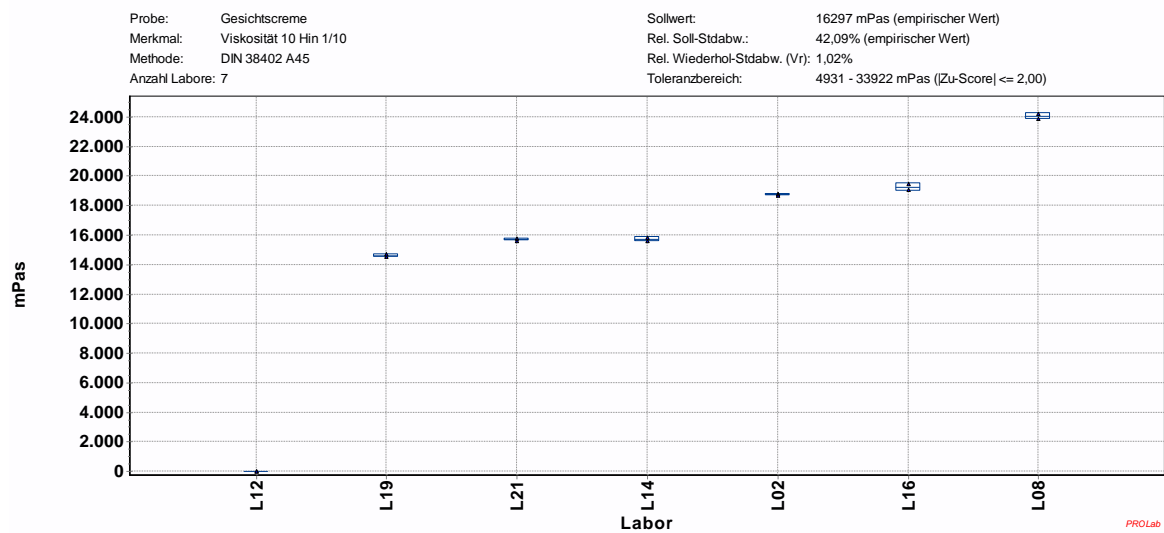


Bild 13. Viskosität (10 s⁻¹, auf), graphische Darstellung der Messwerte A

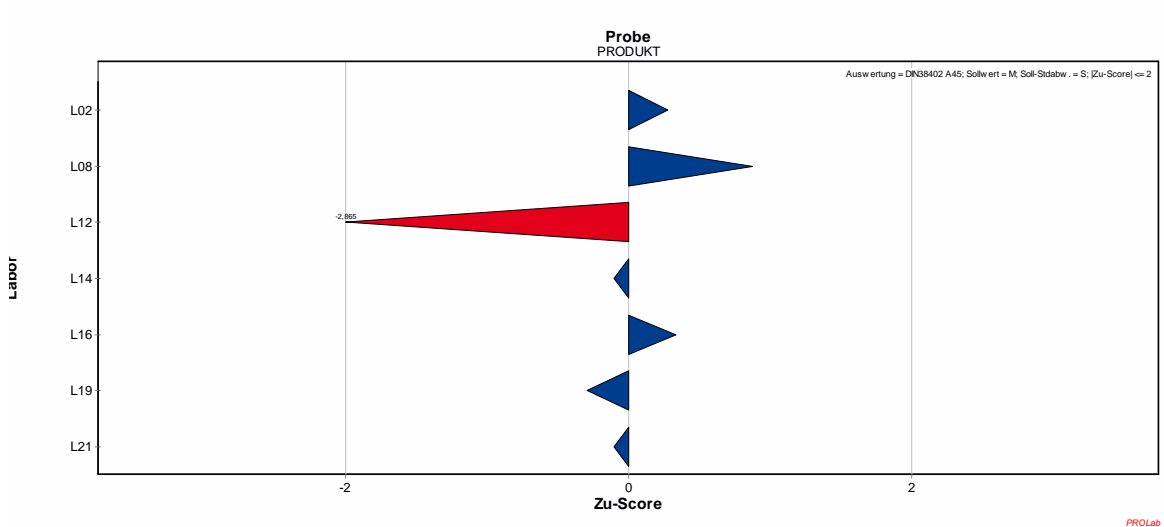


Bild 14. Viskosität (10 s⁻¹, auf), graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Messwerte B) bei 50 s⁻¹

Labor	50	50
2	4460	4410
8	5397	5355
12	3	3
14	3956	3813
16	4561	4667
19	3678	3720
21	3730	3692

(Angaben im mPas)

Der aus der Software errechnete Sollwert liegt hier bei 3927 mPas.

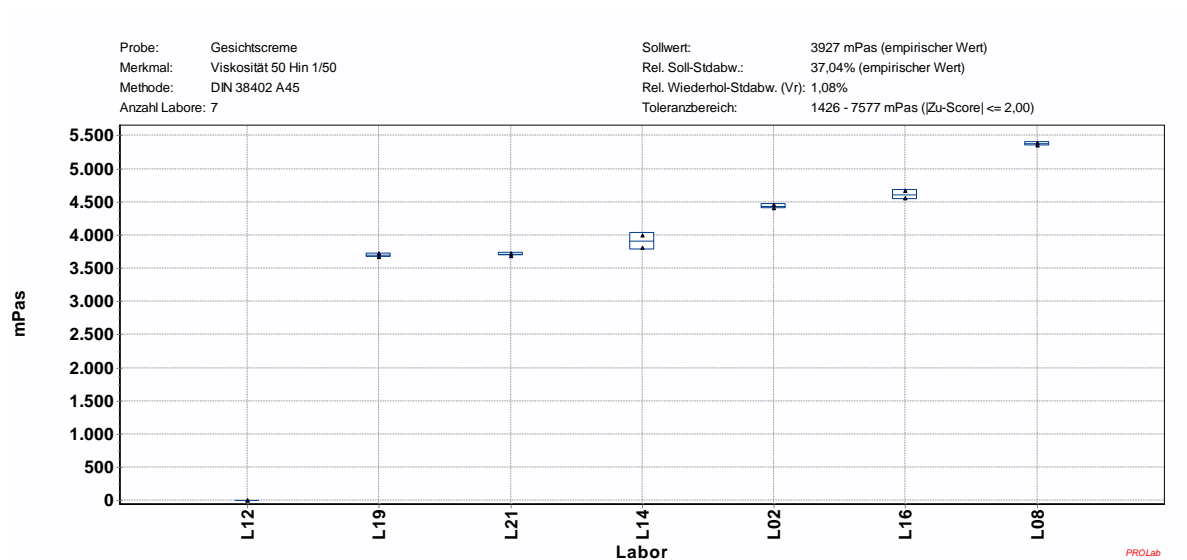


Bild 15. Viskosität (50 s⁻¹), Graphische Darstellung der Messwerte B

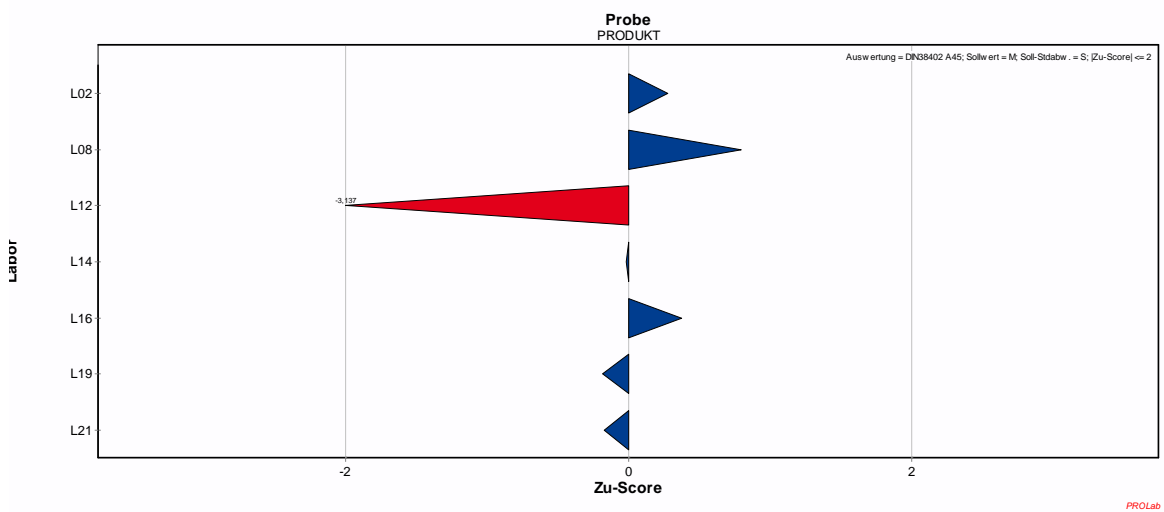


Bild 16. Viskosität, (50 s⁻¹), graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Messwerte C) bei 10 s⁻¹ (ab)

Labor	10 ab	10 ab
2	18100	18000
8	18499	18442
12	15	15
14	15392	15110
16	18431	18754
21	14691	14680

(Angaben im mPas)

Der aus der Software errechnete Sollwert liegt hier bei 17032 mPas.

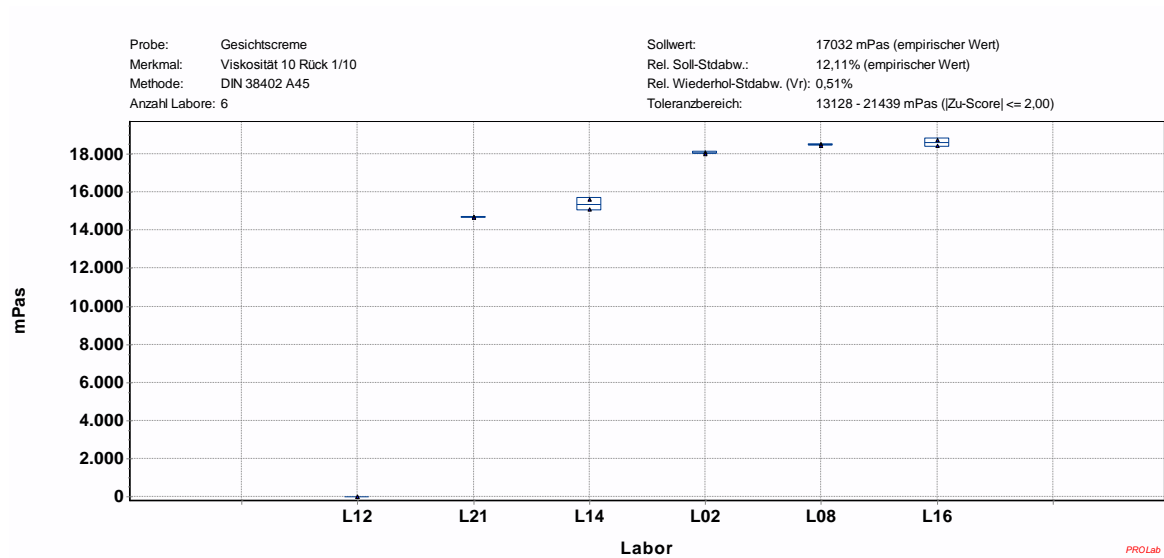


Bild 17. Viskosität (10 s⁻¹, ab), Graphische Darstellung der Messwerte C

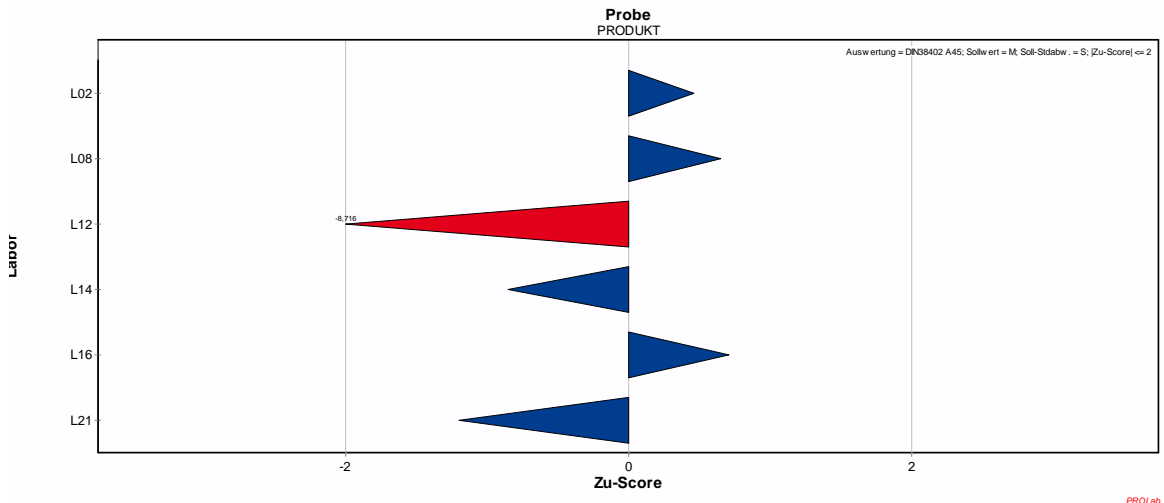


Bild 18. Viskosität (10 s⁻¹, ab), graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



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 zum einen von der verwendeten Messsystemgeometrie abhängt, des anderen aber auch vom eingesetzten Rheometertyp.

Sortiert man die Messwerte nach den Geräteherstellern, so stellt man fest, dass die Ergebnisse eines einzelnen Rheometerherstellers im Vergleich zu denen der anderen Hersteller im Mittel zwischen 9,8% und 16,4% höher liegen.

Würde man diesen Hersteller aus der Wertung nehmen, dann würde man eine Streubreite der Messergebnisse von nur ca. $\pm 8\%$ erzielen. Die Abweichung vom Mittelwert in mPas läge dann bei ca. ± 300 mPas

Die Fachgruppe vermutet, dass die Messdaten der Brookfield Geräte unter Verwendung der Drehzahl und nicht wie gefordert der Schergeschwindigkeit ermittelt wurden. Bei Angaben zur Viskosität einer Probe kann das zu deutlich abweichenden Messergebnissen kommen. Genaue Angaben dazu wurden von den Teilnehmern aber nicht gemacht.

Weiterhin kann die Fachgruppe aus den Angaben zu den Brookfield Geräten schließen, dass keiner der Teilnehmer die vorgegebene Messspindel verwendet hat. Vermutlich wurden die Spindeln verwendet, die im Labor gebräuchlich waren oder man wollte die Probe nicht in ein passendes Gefäß umfüllen. Da es sich um Relativmesssysteme handelt führt das zu einer erheblichen Streuung der Messwerte.

Da es zurzeit noch keine einheitliche kosmetische Messvorschrift zur Bestimmung der Viskosität gibt, hat auch dieser Ringversuch erneut gezeigt, dass es unbedingt notwendig ist, bei vergleichenden rheologischen Messungen die genauen Randbedingungen vorzugeben. Vergleichende Messwertbetrachtungen sind nur dann möglich, wenn zusätzlich auch das verwendete Messgerät bekannt ist.

Bis auf den Teilnehmer, der die falsch dimensionierten Messwerte ablieferte, lagen alle erhaltenen DIN- Meßergebnisse innerhalb der gewünschten Toleranz.

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Tocopheryl Acetate

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

Den Parameter Tocopheryl Acetate bestimmten 8 Labore. Der errechnete Labormittelwert beträgt 0,49 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 4,2 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2,9 %.

Tabelle 5. Messwerte Tocopheryl Acetate

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)			0,48		0,50	0,49	0,50	0,48			
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)							0,52	0,50	1,00*		

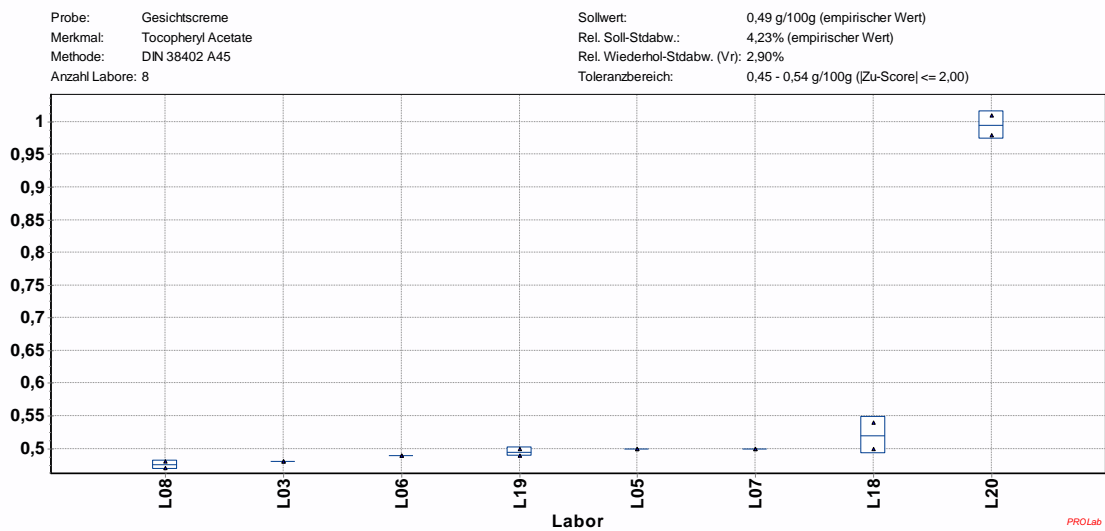


Bild 19. Tocopheryl Acetate, graphische Darstellung der Messwerte

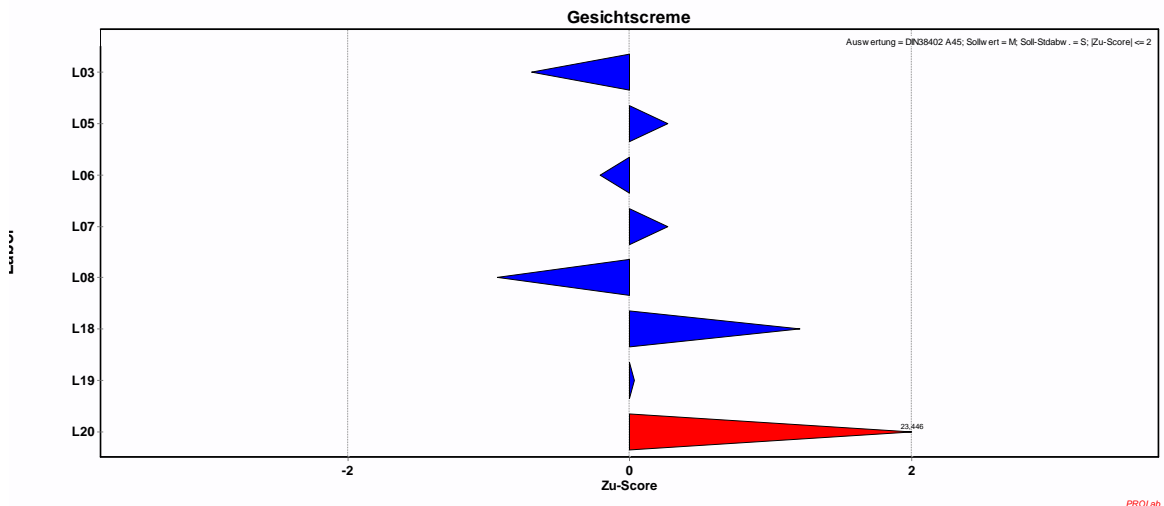


Bild 20. Tocopheryl Acetate, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Phenoxyethanol

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

Den Parameter Phenoxyethanol bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,95 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 20 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,5 %.

Tabelle 6. Messwerte Phenoxyethanol

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)		1,00	0,18*	0,89	1,02	0,88	1,02	0,89			
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)		0,99		1,19			0,86	1,02	9,36*	0,82	

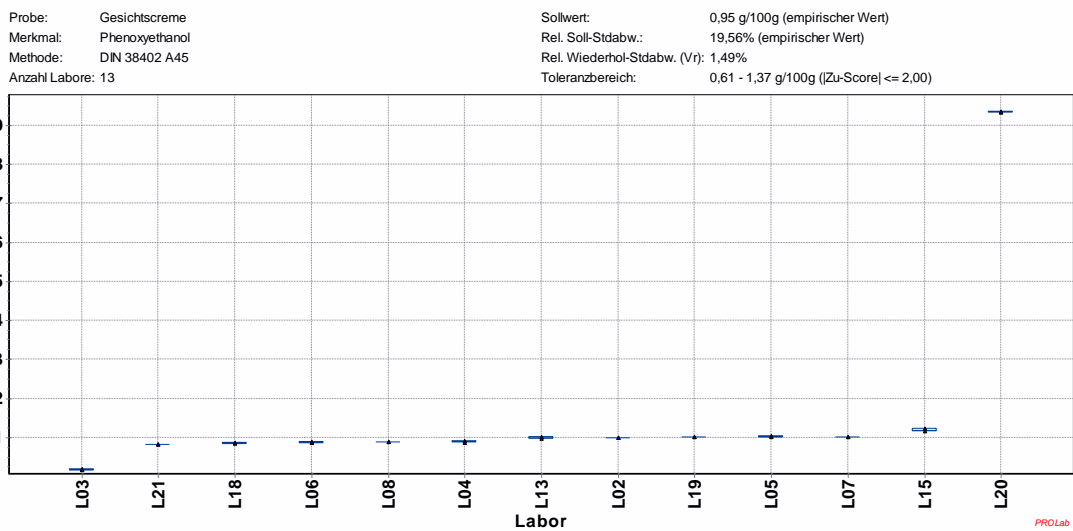


Bild 21. Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Messwerte

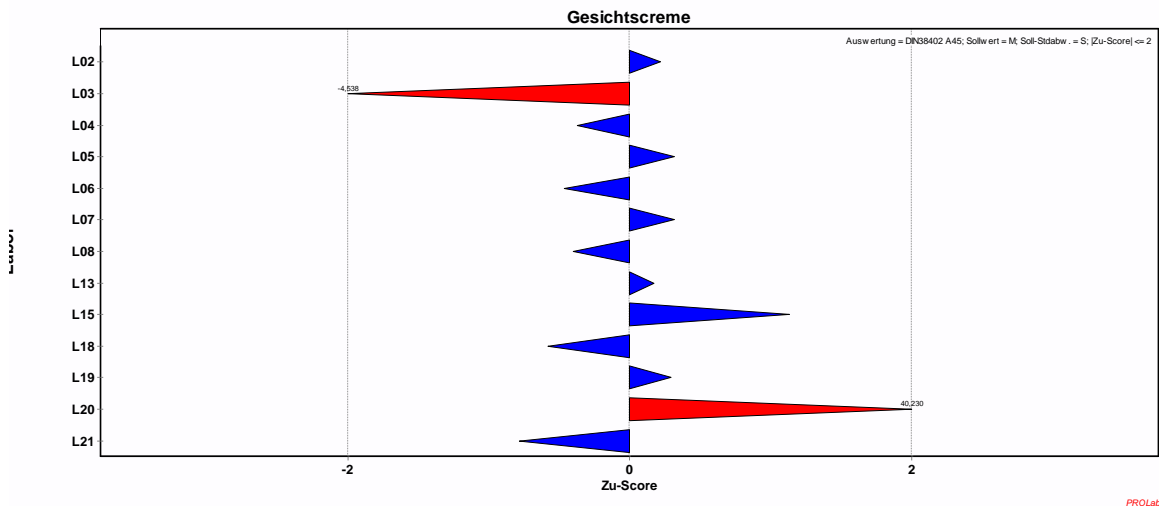


Bild 22. Phenoxyethanol, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Methylparaben

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

Den Parameter Methylparaben bestimmten 13 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,19 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 16 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 5 %.

Tabelle 7. Messwerte Methylparaben

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)		0,20	0,18	0,15	0,19	0,19	0,20	0,20			
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)		0,18		0,20			0,15	0,20	1,41*	0,25	

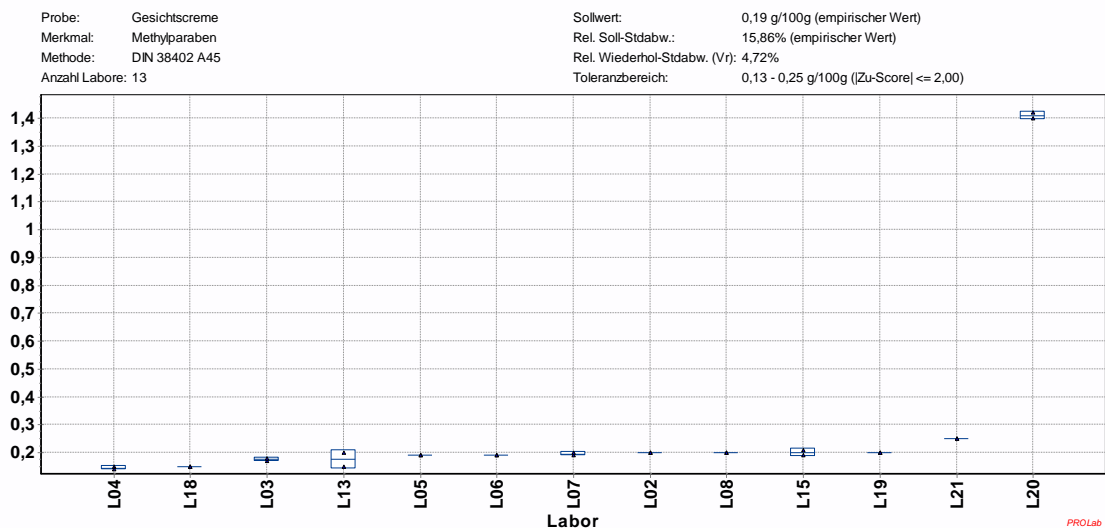


Bild 23. Methylparaben, graphische Darstellung der Messwerte

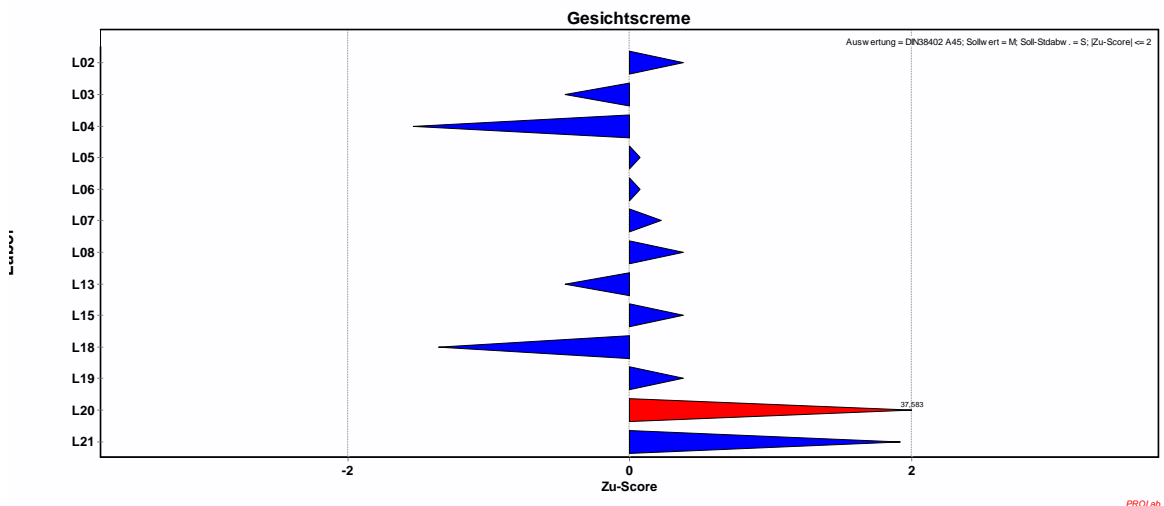


Bild 24. Methylparaben, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Ethylparaben

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

Den Parameter Ethylparaben bestimmten 12 Labore, der errechnete Labormittelwert betrug 0,18 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung betrug 15 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 4 %.

Tabelle 8. Messwerte Ethylparaben

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

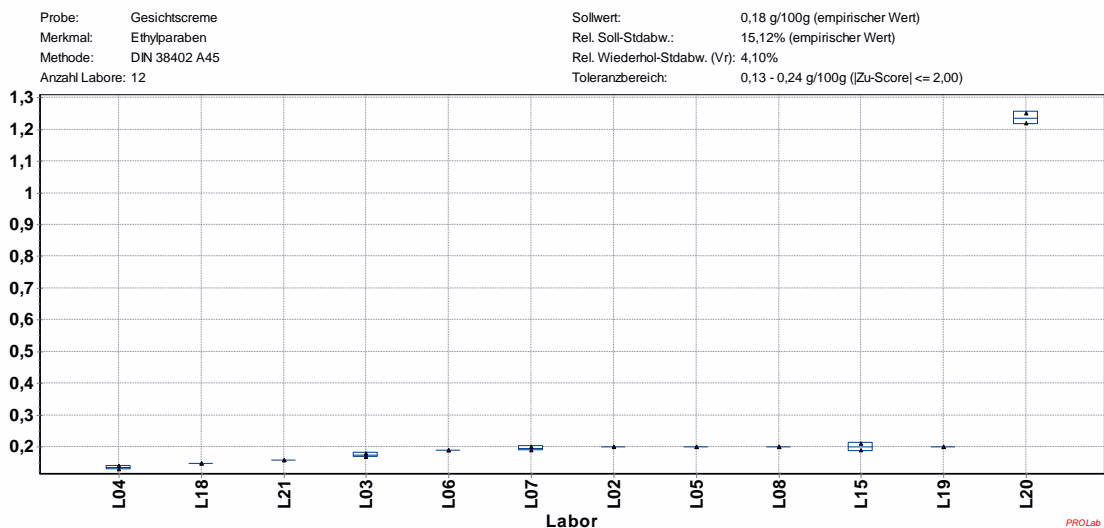


Bild 25. Ethylparaben, Graphische Darstellung der Messwerte

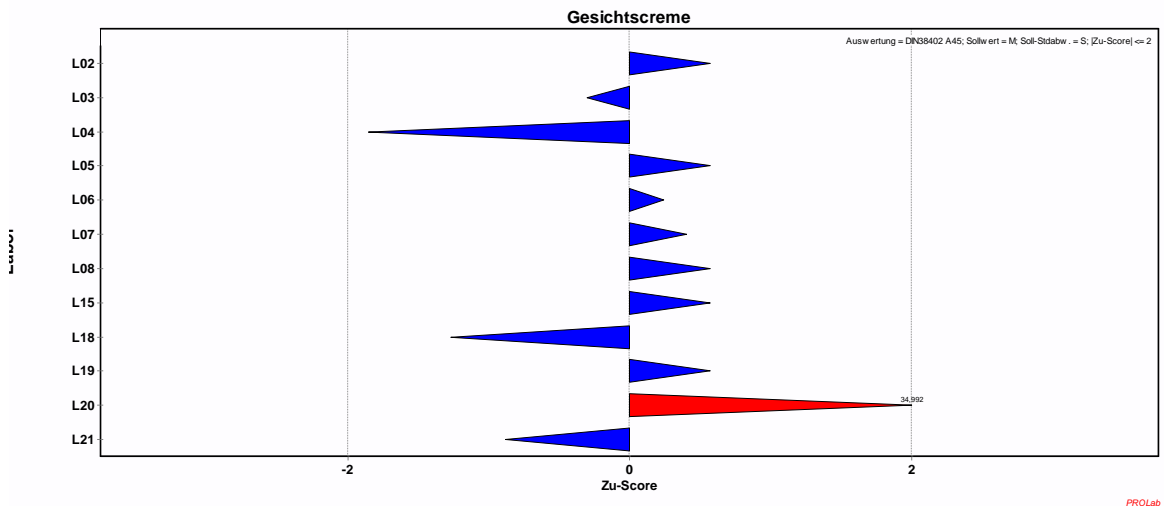


Bild 26. Ethylparaben, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Panthenol

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

Den Parameter Panthenol bestimmten 7 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,51 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 9 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2 %.

Tabelle 9. Messwerte Panthenol

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)			1,91*		0,51	0,55	0,50				
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)							0,53	0,51	0,47		

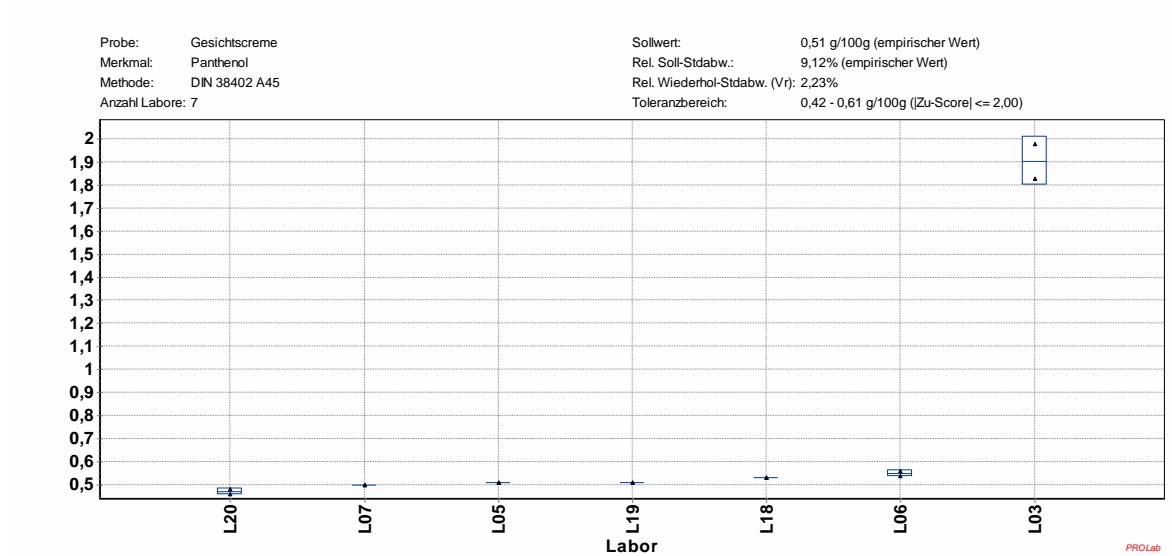


Bild 27. Panthenol, graphische Darstellung der Messwerte

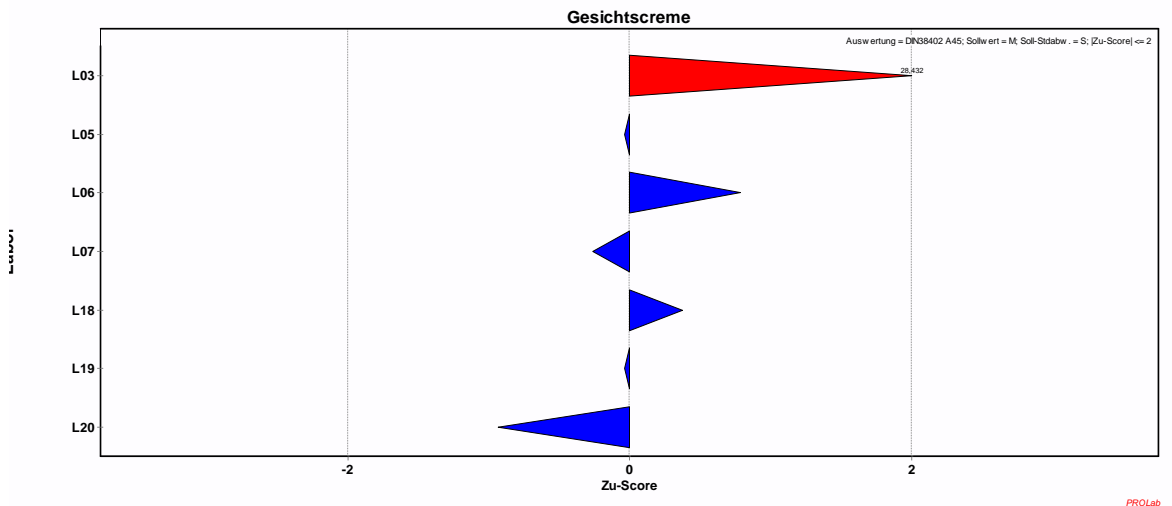


Bild 28. Panthenol, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Caffeine

Zur Bestimmung des Caffeine-Gehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisan-
 gabe in [ppm] ohne Nachkommastellen.

Den Parameter Caffeine bestimmten 8 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 723
 ppm, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 54 %, die rel. Wiederholstandardab-
 weichung 2 %.

Tabelle 10. Messwerte Caffeine

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (ppm)			10884*		101*	975	766				
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (ppm)				963			961	1011	257		

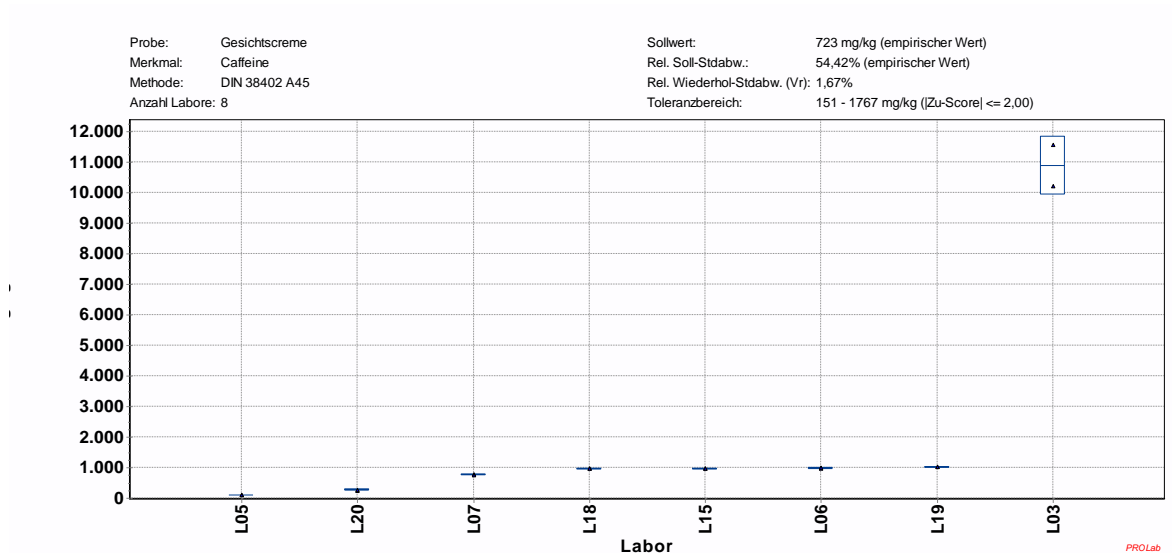


Bild 29. Caffeine, Graphische Darstellung der Messwerte

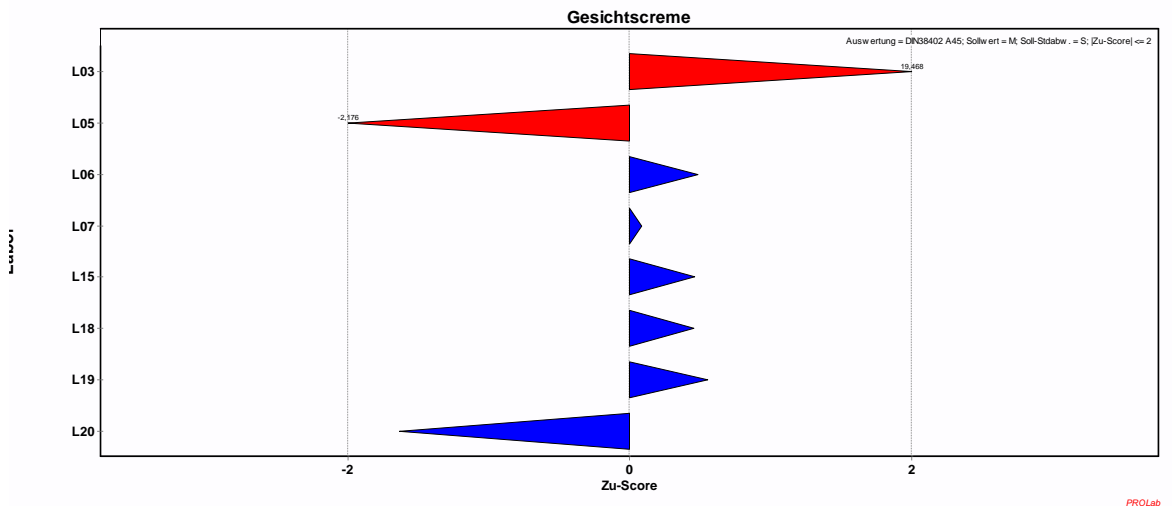


Bild 30. Caffeine, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Allantoin

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

Den Parameter Allantoin bestimmten 6 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,23
 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 26 %, die rel. Wiederholstan-
 dardabweichung 3 %.

Tabelle 11. Messwerte Allantoin

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)			0,25		0,20	0,23	0,20				
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)							0,38*		0,17		

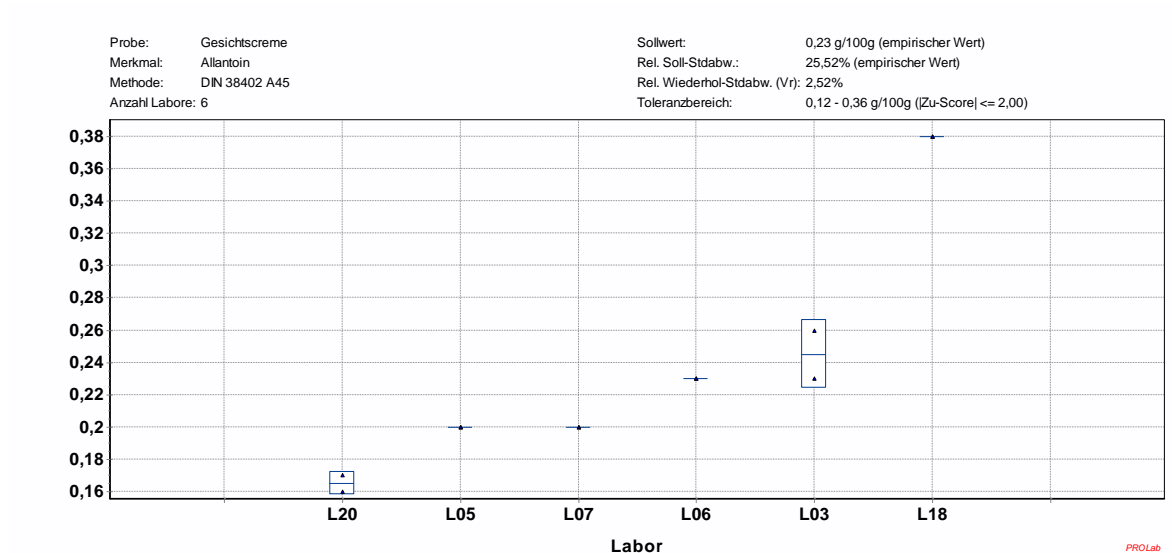


Bild 31. Allantoin, graphische Darstellung der Messwerte

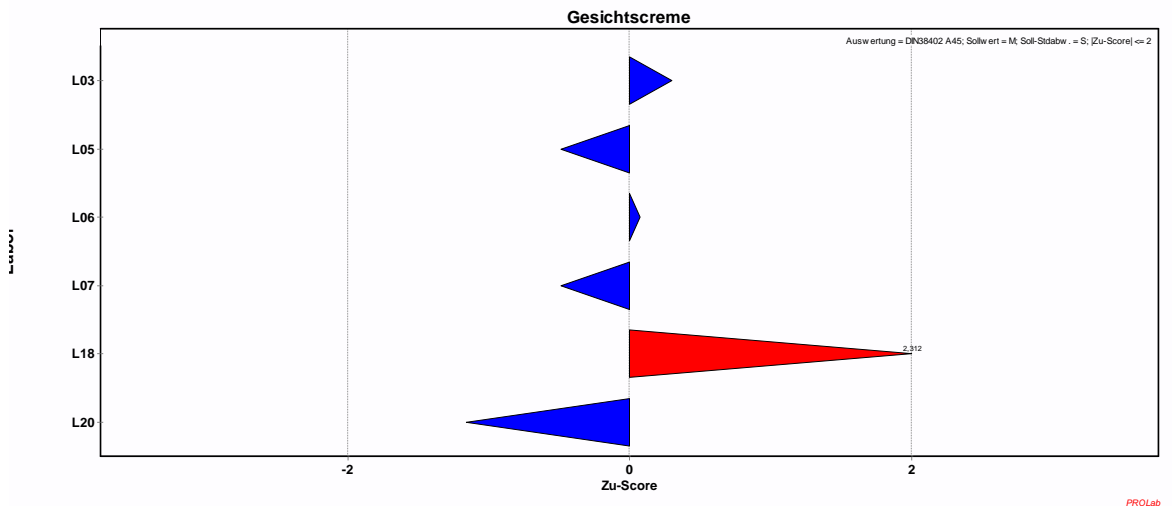


Bild 32. Allantoin, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Gesichtscreme, Ergebnisübersicht Ubiquinone

Zur Bestimmung des Ubiquinone-Gehaltes wurden folgende Vorgaben gemacht: Ergebnisanzeige in ppm ohne Nachkommastellen.

Den Parameter Ubiquinone bestimmten 6 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 603 ppm, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,5 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 1,0 %.

Tabelle 12. Messwerte Ubiquinone

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)					595	615	608				
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)							804*	597	602		

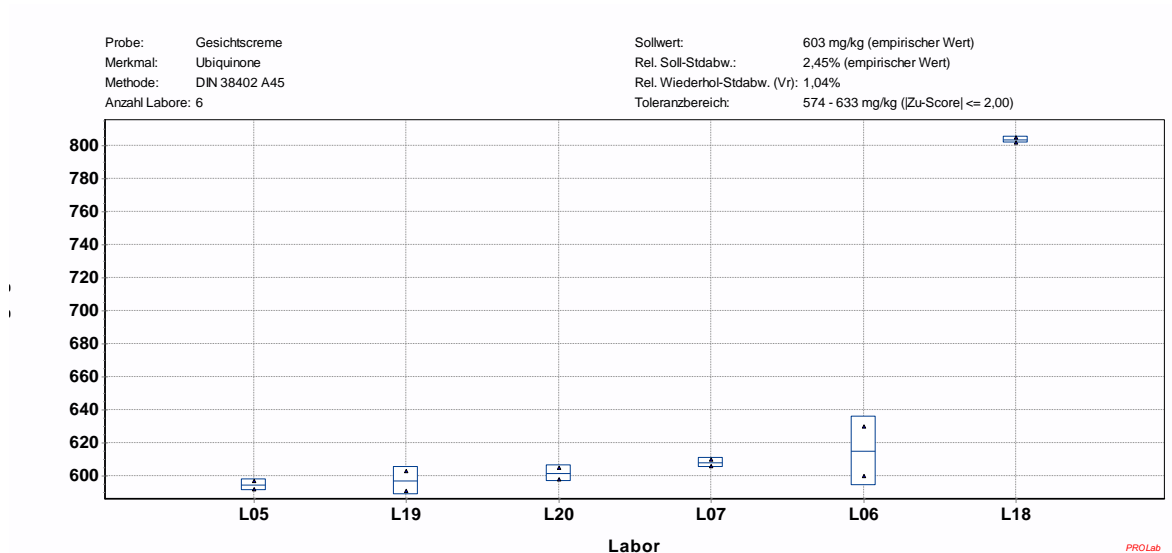


Bild 33. Ubiquinone, graphische Darstellung der Messwerte

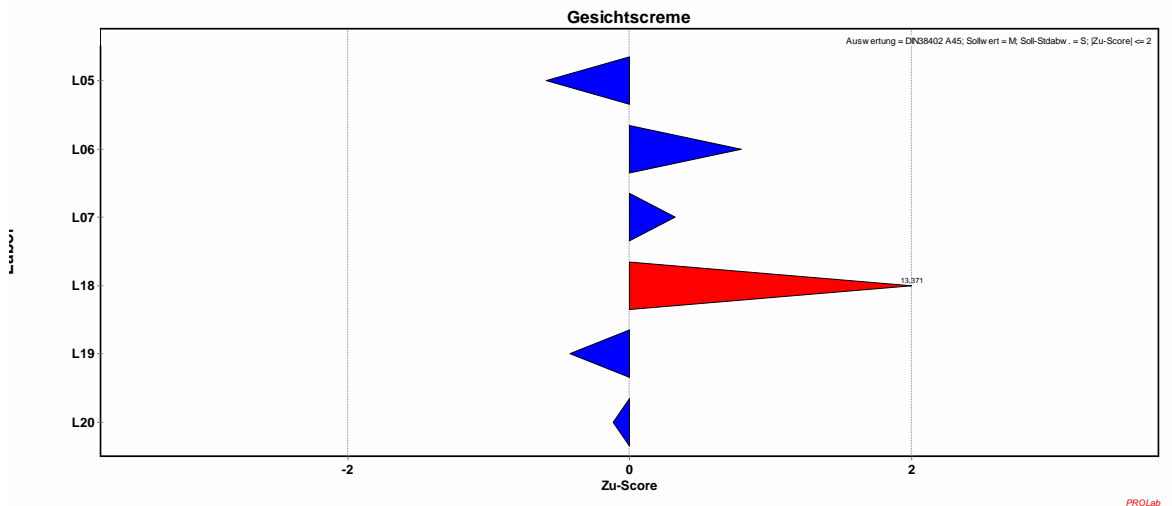


Bild 34. Ubiquinone, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer



Kommentar der Fachgruppe zur chromatographischen Bestimmung der Wirkstoffe

Tocopheryl Acetate

Errechneter Sollwert 0,49 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 4,2 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2,9 %.

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

Labor 20 gibt einen deutlich zu hohen Wert an. Die Ursache dafür ist nicht ersichtlich, dieses Labor hat aber auch bei den anderen chromatographisch ermittelten Parametern deutlich von allen Laboratorien abweichende Werte. Dies sollte von dem Labor zum Anlass genommen werden die verwendete Bestimmungsmethode auf systematische Fehler zu überprüfen.

Phenoxyethanol

Errechneter Sollwert 0,95 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 20 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,5 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 13 Laboratorien teilgenommen, 11 waren erfolgreich.

Labor 3 gibt einen deutlich zu niedrigen und Labor 20 gibt wiederum einen deutlich zu hohen Wert an. Diese beiden Labore sind für die relativ hohe Vergleichsstandardabweichung von 19 % verantwortlich. Bei diesem Parameter ist die große Diskrepanz zwischen der hohen rel. Vergleichsstandardabweichung und der im normalen Bereich liegenden rel. Wiederholstandardabweichung auffällig.

Methyl- und Ethylparaben

	MEPA	ETPA
Sollwert in g/100g	0,19	0,18
Vergleichs-Stdabw. In %	16	15
richtige Anzahl/Gesamtanzahl Ergebnisse	12/13	11/12

Auch hier zeigt Labor 20 wieder sehr deutliche Überbefunde und ist verantwortlich für die relativ große Vergleichsstandardabweichung von 16 bzw 15 %.

Panthenol

Errechneter Sollwert 0,51 g/100g, rel. Vergleichsstandardabweichung 9 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 7 Laboratorien teilgenommen, davon 6 erfolgreich

Bei diesem Parameter zeigt Labor 3 deutliche Überbefunde.

Caffeine

Errechneter Sollwert 723 ppm; rel. Vergleichsstandardabweichung 54 %, rel. Wiederholstandardabweichung 2 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 8 Laboratorien teilgenommen, 6 waren erfolgreich.

Labor 3 gibt einen deutlich zu hohen und Labor 5 diesmal einen deutlich zu niedrigen Wert an. Diese beiden Labore sind für die hohe Vergleichsstandardabweichung von 54 % verantwortlich. Bei diesem Parameter ist die grosse Diskrepanz zwischen der hohen rel. Vergleichsstandardabweichung und der im normalen Bereich liegenden rel. Wiederholstandardabweichung auffällig.



Allantoin

Errechneter Sollwert 0,23 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 26 %, rel. Wiederholstandardabweichung 3 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 6 Laboratorien teilgenommen, 5 waren erfolgreich.

Labor 18 gibt hier einen zu hohen Wert an. Labor 20 zeigt hier den niedrigsten Messwert, der aber noch oberhalb des unteren Zu-Scores liegt. Diese beiden Labore sind für die relativ hohe Vergleichsstandardabweichung von 26 % verantwortlich. Bei diesem Parameter ist die grosse Diskrepanz zwischen der hohen rel. Vergleichsstandardabweichung und der im normalen Bereich liegenden rel. Wiederholstandardabweichung auffällig.

Ubiquinone

Errechneter Sollwert 603 ppm; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,5 %, rel. Wiederholstandardabweichung 1,0 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 6 Laboratorien teilgenommen, 5 waren erfolgreich.

Der Parameter wurde insgesamt sehr gut bestimmt, mit einer rel. Vergleichsstandardabweichung von nur 2,5 %. Lediglich Labor 18 hat einen etwas zu hohen Befund.

Rohstoff, Ergebnisübersicht Trockenrückstand

Zur Bestimmung des Trockenrückstandes wurden folgende Vorgaben gemacht: z.B. Infrarot-Trockner, Einwaage 0,5 g, Gewichtskonstanz; Ergebnisangabe in g/100g mit einer Nachkommastelle.

Den Parameter Trockenrückstand bestimmten 18 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 52,9 g/100 g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 2,4 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Tabelle 13. Messwerte Trockenrückstand

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)			53,1	52,8	45,3*	48,3*	54,2	52,6	53,2	52,8	52,4
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)	52,9	53,7		53,8		53,3	53,4	53,4	50,4	53,6	51,3

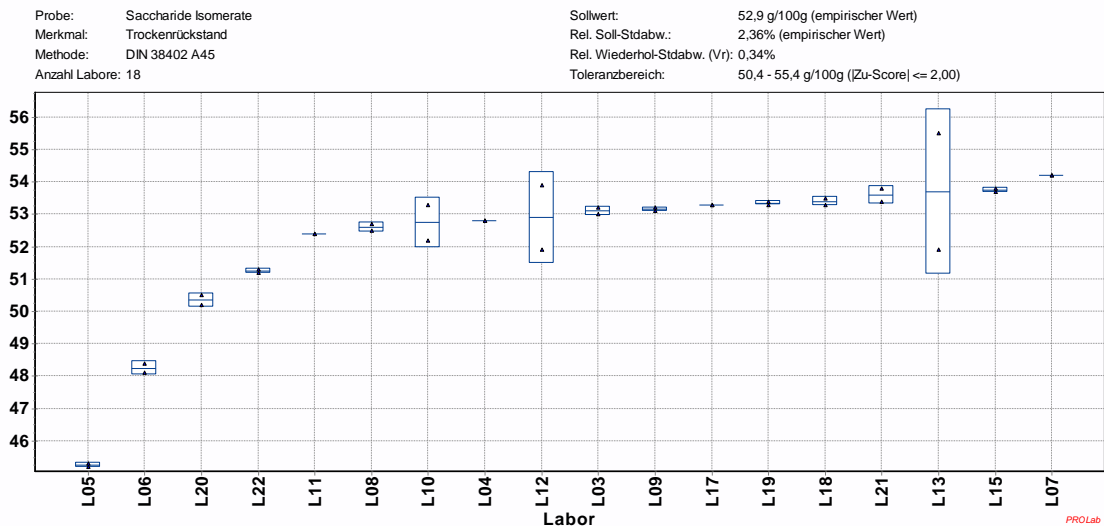


Bild 35. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Messwerte

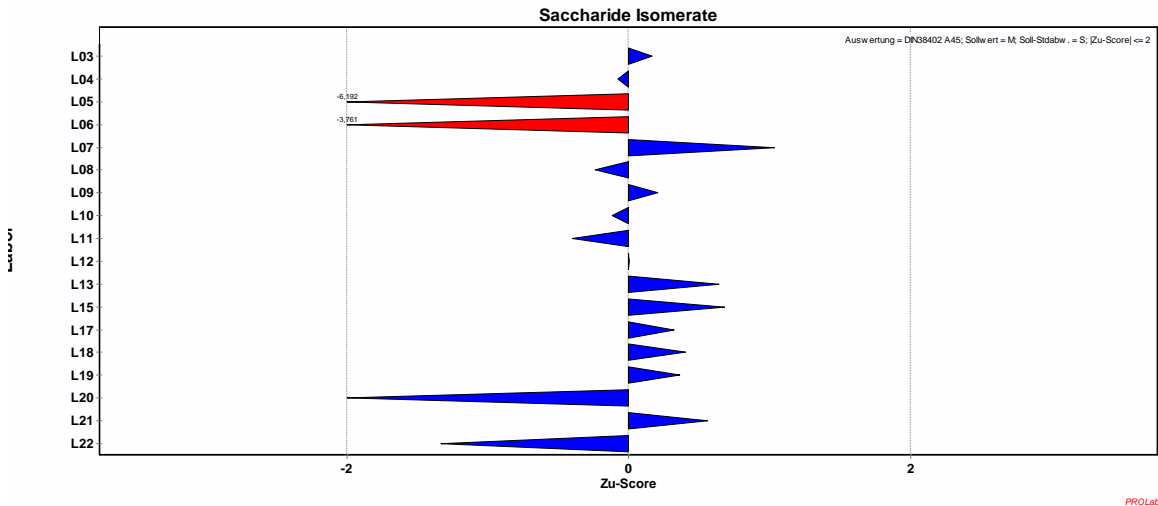


Bild 36. Trockenrückstand, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht pH-Wert

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

Den Parameter pH-Wert bestimmten 20 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 4,31 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 1,3 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Tabelle 14. Messwerte pH-Wert

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)	4,24	4,33	4,33	4,28	4,35	4,32	4,34	4,27	4,40	4,34	4,22
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)	4,27	4,34		4,42		4,37	4,35	4,33	4,28	4,28	4,27

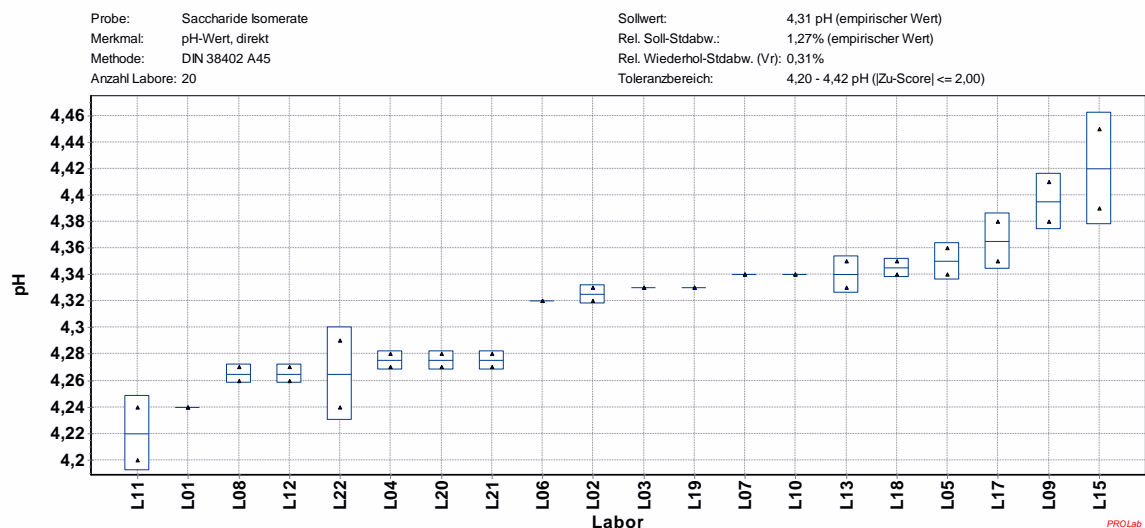


Bild 37. pH-Wert, graphische Darstellung der Messwerte

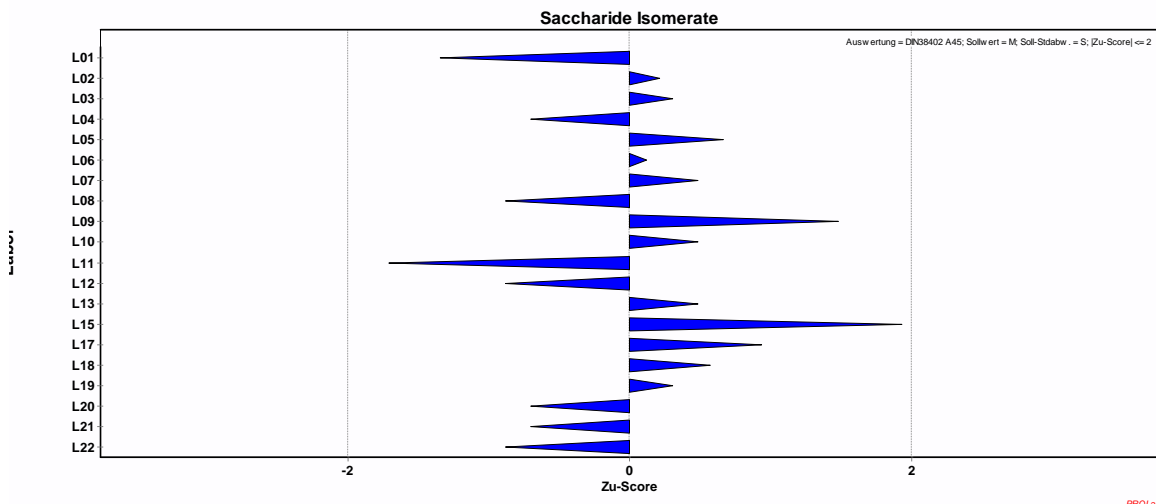


Bild 38. pH-Wert, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Dichte

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

Den Parameter Dichte bestimmten 19 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,2472 g/ml, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,05 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 15. Messwerte Dichte

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/ml)	1,2468	1,2417*	1,2471		1,2460	1,2479	1,4275*	1,2477	1,2477	1,2472	1,2471
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/ml)	1,2471	1,3383*		1,2470		1,2475	1,2475	1,2471	1,2452*	1,2474	1,2476

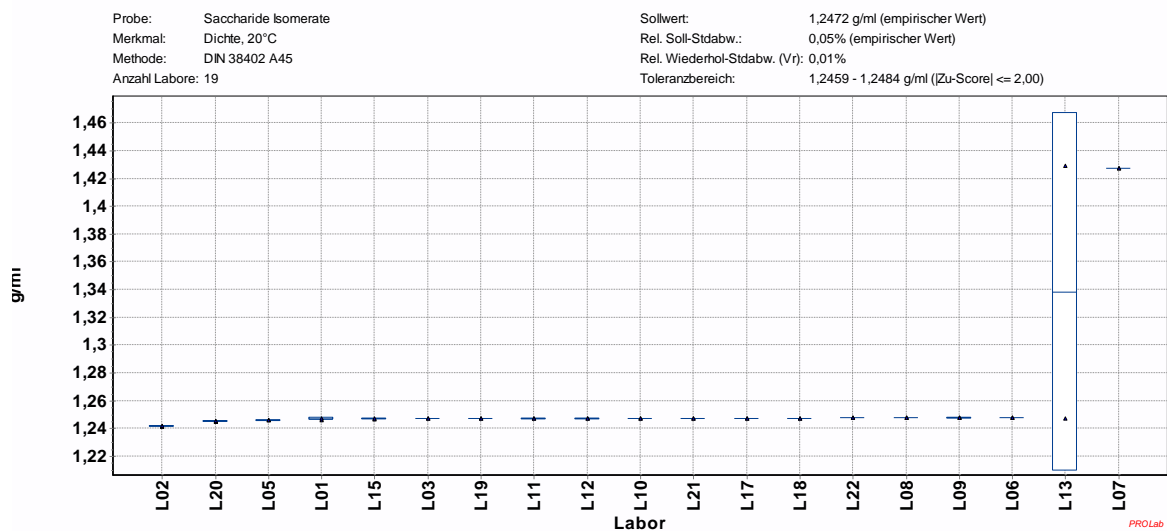


Bild 39. Dichte, Graphische Darstellung der Messwerte

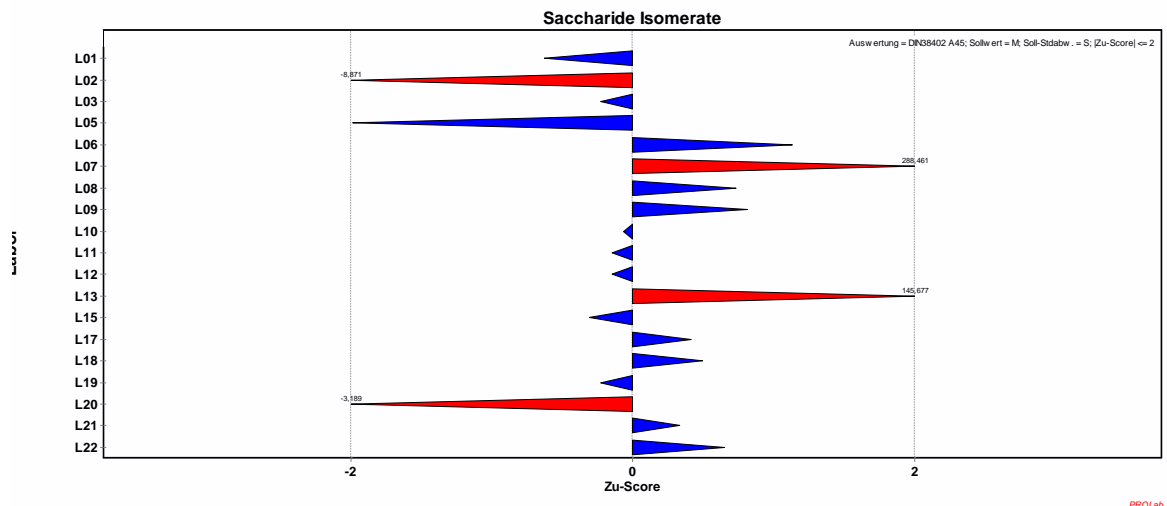


Bild 40. Dichte, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Brechungsindex

Zur Bestimmung des Brechungsindex wurden folgende Vorgaben gemacht: nD20; Ergebnisanzeige mit vier Nachkommastellen.

Den Parameter Brechungsindex bestimmten 18 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 1,4255, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 0,02 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Tabelle 16. Messwerte Brechungsindex

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert	1,4257		1,4252	1,4254	1,4252		1,4262*	1,4262*	1,4252	1,4253	1,4251
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert	1,4256	1,4258		1,4243*		1,4254	1,4260	1,4254	1,4255	1,4252	1,4254

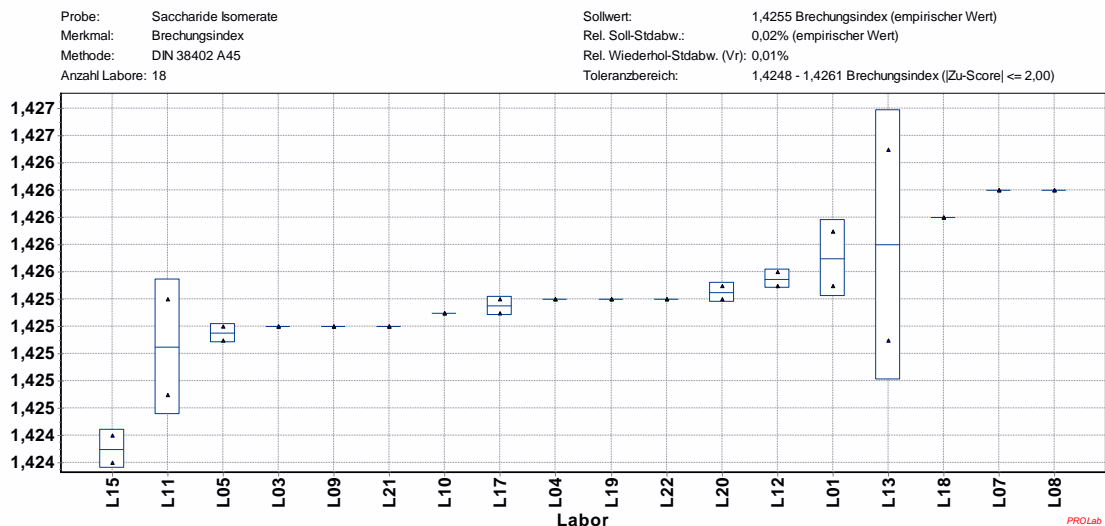


Bild 41. Brechungsindex, graphische Darstellung der Messwerte

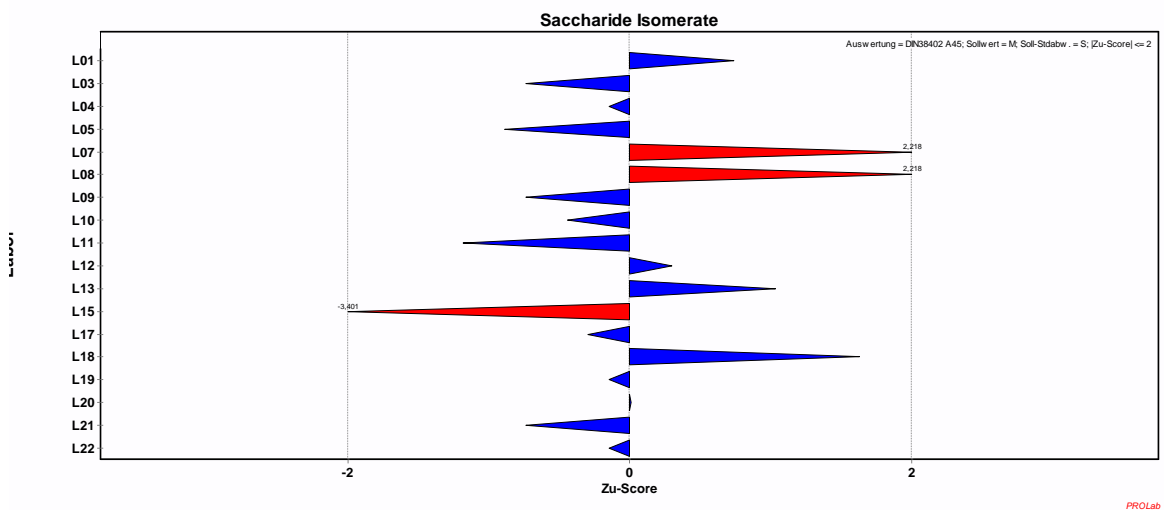


Bild 42. Brechungsindex, graphische Darstellung der Z-Scores der Teilnehmer

Rohstoff, Ergebnisübersicht Zitronensäure

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

Den Parameter Zitronensäure bestimmten 9 Labore, der errechnete Labormittelwert beträgt 0,87 g/100g, die rel. Vergleichsstandardabweichung beträgt 16 %, die rel. Wiederholstandardabweichung 2 %.

Tabelle 17. Messwerte Zitronensäure

Labor-Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Messwert (g/100g)						1,10	0,98	0,60*	0,62*		
Labor-Nr.	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
Messwert (g/100g)						0,58*	0,97		1,12	1,12	0,58*

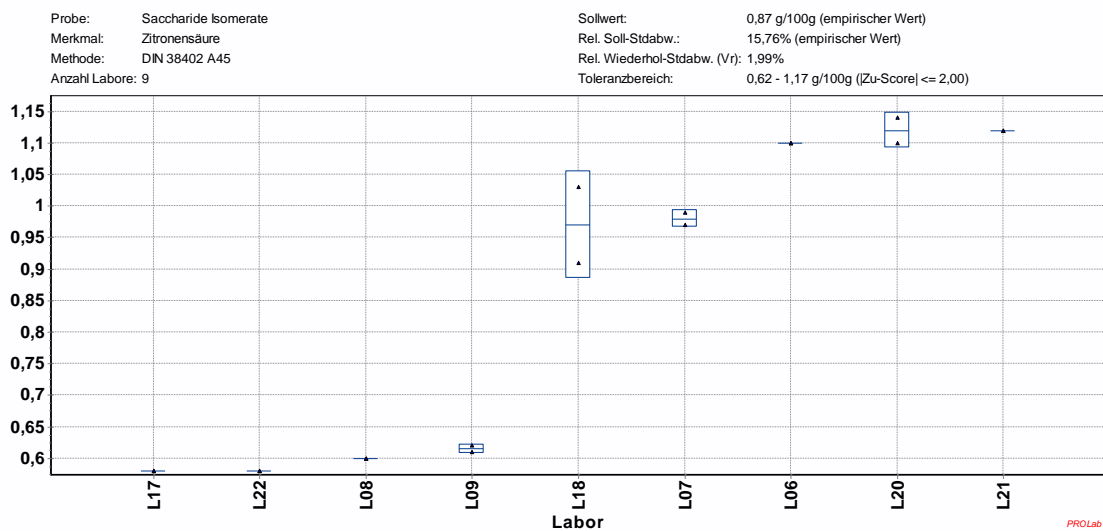


Bild 43. Zitronensäure, graphische Darstellung der Messwerte

Von den Teilnehmern wurden zwei verschiedene Methoden zur Bestimmung verwendet, die zu unterschiedlichen Ergebnissen führten. Da keine Bestimmungsmethode vorgegeben wurde, zeigte die Bestimmung die bekannten Unterschiede und wurde deswegen nicht gewertet. Da nicht von allen Laboren die verwendete Methode angegeben wurde, lagen nicht genügend Daten vor um eine getrennte Auswertung durchführen zu können.

Kommentar der Fachgruppe zur Rohstoff-Analytik.

Trockenrückstand

Errechneter Sollwert 52,9 g/100 g; rel. Vergleichsstandardabweichung 2,4 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 18 Laboratorien teilgenommen, 16 waren erfolgreich

Hier wurden die gleichen Vorgaben wie bei der Trockenrückstandsbestimmung der Gesichtscrème gemacht. Die im Vergleich zur Trockenrückstandsbestimmung der Gesichtscrème relativ geringe rel. Vergleichsstandardabweichung von 2,4 % zeigt, daß die starke Streuung der Ergebnisse zwischen den Laboratorien bei der Gesichtscrème wohl auf das Trocknungsverhalten der Gesichtscrème und nicht auf die angewandte Trocknungsmethode zurückzuführen ist.

pH-Wert

Errechneter Sollwert 4,31; rel. Vergleichsstandardabweichung 1,3 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,3 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 20 Laboratorien teilgenommen, alle waren erfolgreich

Auch hier liefert die pH-Wert Bestimmung zufrieden stellende Ergebnisse.

Dichte

Errechneter Sollwert 1,2472 g/ml; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,05 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 19 Laboratorien teilgenommen, 15 waren erfolgreich

Wie in den vorherigen Ringversuchen wird die Dichte mit einer sehr geringen Vergleichsstandardabweichung bestimmt. Labor 2 hat die Dichte sowohl bei der Gesichtscrème als auch beim Rohstoff deutlich zu niedrig bestimmt, während Labor 20 bei der Gesichtscrème zu hohe Werte gemessen hat und beim Rohstoff zu niedrige Werte gemessen wurden. Dies sollte von den Laboren zum Anlass genommen werden die verwendete Dichte-Bestimmung auf einen systematischen Fehler zu überprüfen. Labor 7 hätte den angegebenen Wert von 1,4275 auch zum Anlass nehmen können, die Ergebnisse auf Plausibilität zu prüfen. Bei 46 % eines relativ leicht flüchtigen Lösungsmittels (Trockenrückstand 54 %) ist es unwahrscheinlich einen so hohen Dichtewert von 1,4275 zu erhalten. Obwohl es bekannt sein sollte, daß die Dichtebestimmung mit einer sehr grossen Reproduzierbarkeit bestimmt werden kann, wurden vom Labor 13 zwei stark voneinander abweichende Messwerte abgegeben. Hier sollten die Labormitarbeiter geschult werden, damit die Plausibilität der Ergebnisse überprüft wird und die Ursache für offensichtliche Diskrepanzen ermittelt wird.

Brechungsindex

Errechneter Sollwert 1,4255; rel. Vergleichsstandardabweichung 0,02 %, rel. Wiederholstandardabweichung 0,01 %.

Ergebnisse der Teilnehmer: 18 Laboratorien teilgenommen, 15 waren erfolgreich

Hier gilt für die relativ grosse Streuung der Ergebnisse des Brechungsindex das gleiche wie für Labor 13 und Labor 11 bei der Dichtebestimmung.

Zitronensäure

Dieser Parameter wurde für die Zertifikatserstellung nicht berücksichtigt, da hier zwei verschiedene Methoden zu deutlich unterschiedlichen Ergebnissen geführt haben und von der Fachgruppe keine Methode zur Bestimmung vorgegeben wurde.

Die mit der enzymatischen Zitronensäurebestimmung ermittelten Werte liegen bei ca. 1,05 %, während die mittels Titration ermittelten Ergebnisse bei ca. 0,6 % liegen. Die unterschiedlichen Ergeb-



nisse sind erklärbar, da bei der enzymatischen Bestimmung auch die Citrate und nicht nur die undissoziierte Zitronensäure wie bei der Titration erfasst wird. Die rel. Wiederholstandardabweichung ist bei der Titration geringer als bei der enzymatischen Methode.

Zusammenfassung / Schlussfolgerungen

Die Fachgruppe Analytik konnte die Erfahrungen von bisher 8 Ringversuchen in 9 Jahren nutzen.

Insgesamt können diesmal 17 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 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:

- Die Angabe erfolgt nicht in den vorgegebenen Einheiten. Hier wurden die Messwerte bei der Viskosität von einem Labor in Pas und nicht in mPas angegeben. Die korrekte Angabe der Ergebnisse gehört aber ebenfalls zur Qualität eines analytischen Labors.
- Konservierungsmittel-Gehalte, die oberhalb der von der Kosmetikgesetzgebung vorgegebenen Grenzwerte liegen, z.B. Phenoxyethanol-Gehalt von annähernd 10 %.
- Stark streuende Messwerte, die weitab von der mit der verwendeten Methode zu erwartenden Reproduzierbarkeit liegen, siehe z.B. die Kommentare zur Dichte- und Brechungsindex-Bestimmung.

Der Ringversuch 2013 ist in Vorbereitung. Für Anregungen, Wünsche und konstruktive Kritik ist die Fachgruppe immer offen. Bitte wenden Sie sich hierfür an den Fachgruppenleiter.

Althengstett / Darmstadt

Februar 2013

Lothar Gehm und Anton Wittersheim