



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptCO03 (2021)

Kosmetische Mittel III:

Coenzym Q10, Panthenol und Tocopherol

in Hautcreme

DLA - Proficiency Tests GmbH

Hauptstr. 80

23845 Oering/Germany

proficiency-testing@dla-lvu.de www.dla-lvu.de

Koordinator der LVU:

Dr. Matthias Besler-Scharf

Allgemeine Informationen zur Eignungsprüfung (EP)
General Information on the proficiency test (PT)

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Proficiency Tests GmbH Hauptstr. 80, 23845 Oering, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA ptCO03 (2021)
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (14. März 2022)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 14. März 2022</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Keine As part of the present proficiency test the following services were subcontracted: none</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißern.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	10
3.7 z-Score.....	10
3.7.1 Warn- und Eingriffssignale.....	11
3.8 z'-Score.....	11
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	12
3.10 Quotient S*/opt.....	12
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	12
4. Ergebnisse.....	13
4.1 Coenzym Q10 (Ubiquinon) in mg/100g.....	14
4.2 Panthenol in mg/100g.....	17
4.3 DL-alpha-Tocopherylacetat in mg/100g.....	20
4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	23
5. Dokumentation.....	24
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	24
5.1.1 Primärdaten.....	24
5.1.2 Analytische Methoden.....	27
5.2 Homogenität.....	30
5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	30
5.3 Probenanschriften: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	32
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	33
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	34

1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) bzw. Eignungsprüfungen (EP) ist ein unverzichtbares Element für das Qualitäts-Management-System eines jeden, mit der Untersuchung von Lebensmitteln, Futtermitteln, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen befassten Labors. Die Durchführung von Laborvergleichsuntersuchungen ermöglicht den teilnehmenden Laboren die eigene analytische Kompetenz unter realen Bedingungen nachzuweisen. Gleichzeitig erhalten sie wertvolle Daten für die erforderliche Verifizierung oder Validierung der durchgeführten Untersuchungsmethode [1, 5].

Das Ziel von DLA ist es, LVU für ausgesuchte Parameter in praxisrelevanten Konzentrationen und Matrices anzubieten.

Durchführung und Auswertung der vorliegenden Laborvergleichsuntersuchung erfolgten nach den technischen Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17043 (2010) und DIN ISO 13528-2009 bzw. ISO 13528-2015 [2, 3].

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine Mischung von handelsüblichen Körperlotionen und einer Handcreme von Europäischen Anbietern.

Die Rohstoffe wurden zusammen gegeben und homogenisiert. Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Bestandteile) ist in Tabelle 1 angegeben.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 25 g in 28-mL-Kunststoffgefäße abgefüllt, in metallisierte PET-Folienbeutel eingeschweißt und chronologisch nummeriert.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

LVU-Probe Hautcreme
<p>Hautcreme/Körperlotion 1 <u>Inhaltsstoffe:</u> Aqua, Glycerin, Isopropyl Palmitate, Alcohol Denat., Glyceryl Stearate SE, Glyceryl Stearate, C12-15 Alkyl Benzoate, Ubiquinone, Sodium Ascorbyl Phosphate, Butyrospermum Parkii Butter, Dimethicone, Sodium Cetearyl Sulfate, Carbomer, Sodium Hydroxide, Trisodium EDTA, Phenoxyethanol, Ethylhexylglycerin, Linalool, Citronellol, Benzyl Alcohol, Alpha-Isomethyl Ionone, Limonene, Parfum</p>
<p>Hautcreme/Körperlotion 2 <u>Inhaltsstoffe:</u> Aqua, Glycerin, Helianthus Annuus Hybrid Oil, Cetearyl Alcohol, Glyceryl Stearate, Sorbitol, Butyrospermum Parkii Butter, Ethylhexyl Stearate, Isopropyl Palmitate, Ubiquinone, Parfum, Sodium Cetearyl Sulfate, Xanthan Gum, Phenoxyethanol, Benzyl Alcohol, Linalool, Hexyl Cinnamal, Limonene, Citral, Citronellol, Sodium Chloride, Citric Acid, Sodium Hydroxide</p>
<p>Hautcreme/Körperlotion 3 <u>Inhaltsstoffe:</u> Aqua, Ethylhexyl Stearate, Glycerin, Caprylic Triglyceride, Prunus Armeniaca Kernel Oil, Glyceryl Stearate Citrate, Phenoxyethanol, Panthenol, Cetearyl Alcohol, Carbomer, Parfum, Butyrospermum Parkii Butter, Tocopheryl Acetate, Sodium Hydroxide, Ethylhexylglycerin</p>
<p>Hautcreme/Handcreme <u>Inhaltsstoffe:</u> Aqua, Isopropyl Palmitate, Glycerin, Glyceryl Stearate SE, Cetyl Alcohol, Panthenol, Butyrospermum Parkii Butter, Octyldodecanol, Vitis Vinifera Seed Oil, Glycine Soja Oil, Tocopheryl Acetate, Sodium Cetearyl Sulfate, Sodium Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer, Phenoxyethanol, Methylparaben, Ethylparaben, Alpha-Isomethyl Ionone, Citronellol, Geraniol, Linalool, Limonene, Benzyl Alcohol, Parfum</p>

Hinweis: Die metrologische Rückführung von Temperatur, Masse und Volumen bei der Herstellung der LVU-Proben wird mittels DAkkS-kalibrierter Referenzmaterialien gewährleistet.

2.1.1 Homogenität

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für alle Analyten im Bereich von 0,81% bis 4,78% (s. Tab. 2) und somit im normalen bis niedrigen Bereich von vergleichbaren Methoden. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.3).

Tabelle 2: Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK_r
Coenzym Q10	4,78 %
Panthenol	0,81 %
DL-alpha-Tocopherylacetat	3,17 %

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** graphisch zur Information charakterisiert (s. 5.2.1).

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft und ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes (s. 3.8 und 3.11) [3].

2.1.2 Stabilität

Erfahrungsgemäß sind konservierte Hautcremes ungeöffnet über mehrere Jahre stabil. Für die Produkte wurde von den Herstellern eine Haltbarkeit von 6 oder 12 Monaten nach dem Öffnen angegeben. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 48. Kalenderwoche 2021 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 28. Januar 2022.

Mit dem Proben-Anschreiben wurden den Teilnehmern u.a. nachstehende Informationen mitgeteilt:

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben einer Mischung handelsüblicher Hautcremes mit den zu bestimmenden Parametern Parametern Coenzym Q10 (Ubiquinone), Panthenol und Tocopherol (Tocopherolacetat).

Hinweis: Bitte die Proben bei Ankunft kühl lagern (2-10°C).

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.
(siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

2.3 Ergebnisübermittlung

Die Ergebnisabgabe erfolgte einheitlich mittels an die teilnehmenden Labore übergebenen Übermittlungstabellen (per eMail).

Zur statistischen Auswertung kamen die abschließend als Mittelwert der nummerierten Proben angegebenen Gehalte der Analyten. Für die Berechnung der Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung wurden auch die Einzelwerte der Doppelbestimmungen herangezogen.

Abgefragt und dokumentiert wurden Einzelergebnisse, Angaben zur Wiederfindung und Stichpunkte zur durchgeführten Methode.

Falls Teilnehmer mehrere Ergebnisse für denselben Parameter abgegeben haben, die mit unterschiedlichen Methoden erhalten wurden, wurden diese Ergebnisse mit derselben Auswertenummer mit einem Buchstaben als Suffix unter Angabe der jeweiligen Methode ausgewertet.

Von 10 Teilnehmern haben 9 Teilnehmer mindestens ein Ergebnis abgegeben. 1 Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert (X_{pt}) der robuste Mittelwert der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der **Median** als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: Δ Median - rob. Mittelwert $> 0,3 \sigma_{pt}$) [3].

Voraussetzung ist, dass die Mehrzahl der Ergebnisse der teilnehmenden Laboratorien einer Normalverteilung unterliegen bzw. unimodal und symmetrisch verteilt sind. Hierzu erfolgt eine Prüfung der Verteilung u.a. anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Falls Hinweise für Quellen von höherer Variabilität, wie z.B. eine bimodale Verteilung der Ergebnisse, vorliegen, werden Ursachen dafür gesucht. In Frage kommt häufig die Verwendung unterschiedlicher Untersuchungsmethoden. Ist dies der Fall, werden nach Möglichkeit getrennte Auswertungen mit eigenen zugewiesenen Werten (X_{pti}) vorgenommen.

Die Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnissen zulässig.

Die tatsächlichen Messergebnisse sind anzugeben. Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe > 25 mg/kg oder $< 2,5$ mg/kg) oder die Angabe „0“ werden für die statistische Auswertung nicht berücksichtigt [3].

3.2 Robuste Standardabweichung

Zum Vergleich mit der Zielstandardabweichung σ_{pt} (Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) wird die robuste Standardabweichung (S^*) der eingesandten Ergebnisse verwendet. Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

3.3 Wiederholstandardabweichung

Die Wiederholstandardabweichung S_r basiert auf den laborinternen Standardabweichungen der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer, die jeweils unter Wiederholbedingungen, d.h. Analysen an derselben Probe von demselben Bearbeiter mit demselben Gerät im gleichen Labor innerhalb kurzer Zeit, ermittelt wurden. Sie charakterisiert die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien [3] und wird von DLA als Hinweis für die Homogenität des Untersuchungsmaterials herangezogen.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien S_w bezeichnet, nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandardabweichung

Die Vergleichsstandardabweichung S_R stellt eine laborübergreifende Schätzung der Standardabweichung für die Bestimmung des jeweiligen Parameters anhand der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer dar. Sie berücksichtigt sowohl die Wiederholstandardabweichung S_r als auch die Standardabweichung zwischen den Laboratorien S_w . Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von Vergleichsstandardabweichungen von RVs abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen. In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander. Vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Vergleichsstandardabweichung S_R nach: [3, 4].

Die relative Vergleichsstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_R bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, und die Bedeutung unter 3.9 näher erläutert.

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißern

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen, zu geringe Anzahl signifikanter Stellen (gültige Ziffern) oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Stellen (gültige Ziffern) angegeben werden. Die Angabe von 3 Stellen ist i.d.R. ausreichend.

Ergebnisse, die mit unterschiedlichen Verfahren erhalten wurden und zu einer erhöhten Variabilität und/oder zu einer bi- oder mehrmodalen Verteilung der Ergebnisse führen, werden separat behandelt oder, wenn dafür zu wenige Ergebnisse vorliegen, ausgeschlossen. Hierfür erfolgt die Prüfung der Ergebnisse anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer i.d.R. nicht von der Auswertung ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

Die Zielstandardabweichung des zugewiesenen Wertes σ_{pt} (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

Sofern ein akzeptabler Quotient S^*/σ_{pt} vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysemethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysemethode ab.

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für Coenzym Q10, Panthenol und Tocopherol (als DL-alpha-Tocopherylacetat) die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet.

Zusätzlich wurde für DL-alpha-Tocopherylacetat die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysemethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung σ_R abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung σ_R kann als relative Zielstandardabweichung σ_{pt} in % des zugewiesenen Wertes verwendet werden und nach untenstehenden Gleichungen berechnet werden [3]. Dabei wird für die Konzentration c der zugewiesene Wert X_{pt} eingesetzt.

Gleichungen	Konzentrationsbereiche	entspricht
$\sigma_R = 0,22c$	$c < 1,2 \times 10^{-7}$	$< 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138$	$\geq 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	$c > 0,138$	$> 13,8 \text{ g}/100\text{g}$

mit c = Massenanteil des Analyten (als relative Größe, z.B. $1 \text{ mg}/\text{kg} = 1 \text{ ppm} = 10^{-6} \text{ kg}/\text{kg}$)

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung σ_R und der Wiederholstandardabweichung σ_r eines Versuchs zur Präzision einer Methode (Ringversuch oder LVU) kann unter Berücksichtigung der Anzahl der Wiederholmessungen m der Teilnehmer in der vorliegenden Vergleichsuntersuchung die Zielstandardabweichung σ_{pt} abgeleitet werden [3]:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 (m-1/m)}$$

Für die Bestimmung von Coenzym Q10, Panthenol und Tocopherol in kosmetischen Mitteln liegen nach unserer Kenntnis z.Zt. keine ausreichenden Angaben über relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) aus Ringversuchen vor.

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

Die Zielstandardabweichung kann für die Eignungsbeurteilung auf einen Wert festgesetzt werden, der dem Leistungsfähigkeitsniveau entspricht, das der Koordinator für ein wünschenswertes Ziel für die teilnehmenden Laboratorien hält [3].

In der vorliegenden LVU wurde die Zielstandardabweichung gemäß 3.6.1 als geeignet angesehen.

3.7 z-Score

Der z-Score wird herangezogen zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore. Er besagt um welches Vielfache der Zielstandardabweichung (σ_{pt}) das Ergebnis (x_i) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert (x_{pt}) abweicht [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z \leq 2 .$$

Der für die Eignungsprüfung gültige z-Score wird in der Auswertung mit z-Score (σ_{pt}) bezeichnet.

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert $> 3,0$ oder $< -3,0$ ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. Gleichmaßen ist ein z-Wert $> 2,0$ oder $< -2,0$ als „Warnsignal“ zu beurteilen. Ein einzelnes „Eingriffssignal“ oder aber „Warnsignale“ bei zwei aufeinander folgenden LVU-Runden sind als Beleg dafür zu werten, dass eine Anomalie aufgetreten ist, die untersucht werden muss. Eine Fehler- bzw. Ursachenanalyse kann durch Prüfung des Analysenablaufs inkl. Verständnis und Umsetzung der Messung durch das Personal, Einzelheiten des Messablaufs, Kalibrierung von Geräten und Zusammensetzung von Reagenzien, Übertragungs- bzw. Berechnungsfehler, Richtigkeit und Präzision sowie Einsatz von Referenzmaterial durchgeführt werden. Falls notwendig, muss auf die Probleme durch angemessene Korrekturmaßnahmen reagiert werden [3].

DLA stellt in den z-Score-Abbildungen die Grenzen für die Warn- und Eingriffssignale als gelbe bzw. rote Linien dar. Die jeweiligen Werte haben gemäß ISO 13528 nur Gültigkeit sofern ≥ 10 Ergebnisse vorliegen [3].

3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.11). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses (x_i) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung (σ_{pt}) und Standardunsicherheit ($U_{(x_{pt})}$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{(x_{pt})}^2}}$$

Sofern eine Bewertung der Ergebnisse mittels z'-Score erfolgt, haben wir im Folgenden den Ausdruck im Nenner als Zielstandardabweichung σ_{pt}' definiert.

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z' \leq 2 .$$

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

Der Variationskoeffizient (VK_R) der Vergleichspräzision (= relative Vergleichsstandardabweichung) errechnet sich aus der Vergleichsstandardabweichung S_R und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{X}$$

Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt der VK_R die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger VK_R von z.B. < 5-10% als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein VK_R von mehr als 50% auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse“ hin, sodass die Eignung für bestimmte Anwendungszwecke wie die Beurteilung von Höchstwertüberschreitungen oder die Leistungsbeurteilung der teilnehmenden Laboratorien ggf. nicht mehr gegeben sein kann [3].

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

In Anlehnung an den HorRat-Wert kann die Bewertung einer Laborvergleichsuntersuchung als aussagekräftig gelten, wenn der Quotient von robuster Standardabweichung S^* und Zielstandardabweichung σ_{pt} nicht über 2 liegt. Ein über 2 liegender Wert bedeutet, dass die Präzision nicht zufriedenstellend ist, d.h., dass die Präzision aus analytischen Gründen zu variabel ist oder die festgestellte Variation höher ist als für die angewandte Methode geschätzt wurde. Somit ist eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse nicht gewährleistet [3].

3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

Jeder zugewiesene Wert ist mit einer Standardunsicherheit behaftet, die von der Analysenmethode, Unterschieden der eingesetzten Analysenmethoden, dem Probenmaterial, der Anzahl der Teilnehmer (P) einer LVU und anderen Faktoren beeinflusst wird. Die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes ($U_{(x_{pt})}$) wird für die vorliegende LVU wie folgt berechnet [3]:

$$u_{(x_{pt})} = 1,25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

Ist $U_{(x_{pt})} \leq 0,3 \sigma_{pt}$, muss die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes nicht berücksichtigt werden [3]. Ein deutliches Überschreiten des Wertes von 0,3 ist ein Hinweis darauf, dass die Zielstandardabweichung ggf. zu gering für die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes gewählt wurde.

Die Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes wird anhand des Konsenswertes als robuster Mittelwert der Teilnehmerergebnisse gewährleistet.

4. Ergebnisse

Alle folgenden Tabellen sind anonymisiert. Den teilnehmenden Instituten wird mit dem Versand dieser Auswertung ihre individuelle Auswertenummer mitgeteilt.

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

Kenndaten
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (X_{pt})
Robuste Standardabweichung (S^*)
Anzahl mit m Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung (S_r)
Variationskoeffizient (VK_r) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
<i>Zielkenndaten:</i>
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt}'
untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$)*
obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$)*
Quotient S^*/σ_{pt} oder S^*/σ_{pt}'
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
Ergebnisse im Zielbereich
Prozent im Zielbereich

* Zielbereich berechnet mit z-Score oder z'-Score

In der unteren Tabelle sind die Ergebnisse der teilnehmenden Labore auf 3 gültige Stellen formatiert dargestellt**:

Auswertenummer	Parameter [Einheit / Unit]	Abweichung	z-Score σ_{pt}	Hinweis
Evaluation number		Deviation		Remark

** Im Dokumentationsteil sind die Ergebnisse so angegeben wie sie von den Teilnehmern übermittelt wurden.

4.1 Coenzym Q10 (Ubiquinon) in mg/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	6,70
Median	6,60
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	6,66
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,698
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,320
Variationskoeffizient (VK_r)	4,78%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,742
Variationskoeffizient (VK_R)	11,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,566
Untere Grenze des Zielbereichs	5,52
Obere Grenze des Zielbereichs	7,79
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U_{(x_{pt})}$	0,309
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	88%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

88% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

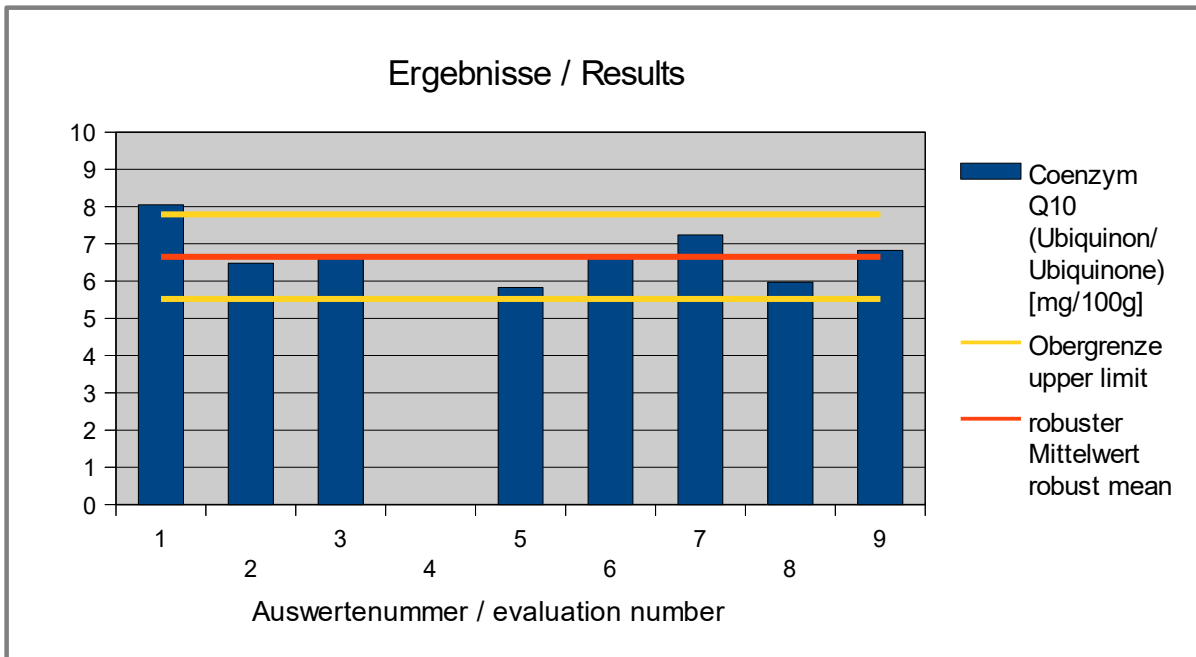


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Coenzym Q10 (Ubiquinon)/ Results Coenzyme Q10 (Ubiquinone)

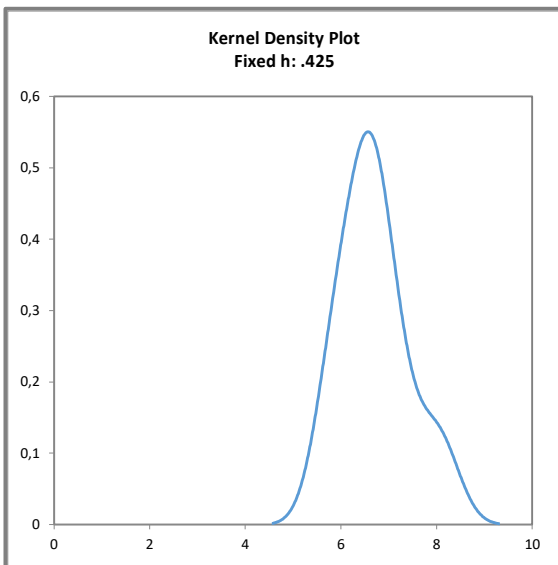


Abb. / Fig. 2:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Kernel density plot of results (with $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei etwa 8 mg/100g, die auf ein Teilnehmerergebnis außerhalb des Zielbereichs zurückgeht.

**Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:**

Auswertenummer	Coenzym Q10 (Ubiquinon/Ubiquinone) [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	Hinweis
Evaluation number	[mg/100g]	Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	Remark
1	8,05 *	1,39	2,5	
2	6,48	-0,175	-0,31	
3	6,60	-0,055	-0,10	
4				
5	5,83	-0,825	-1,5	
6	6,60	-0,055	-0,10	
7	7,24	0,585	1,0	
8	5,97	-0,685	-1,2	
9	6,82	0,165	0,29	

* Mittelwert von DLA berechnet

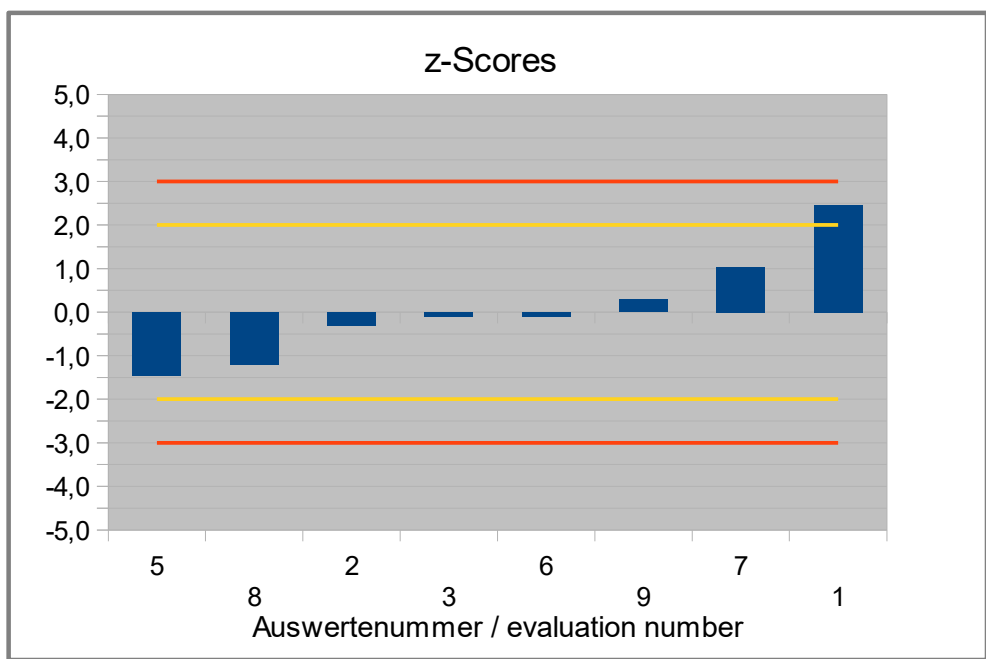


Abb. / Fig. 3: z-Scores Coenzym Q10 (Ubiquinon / Ubiquinone)

4.2 Panthenol in mg/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	441
Median	403
Robuster Mittelwert (X_{pt})	399
Robuste Standardabweichung (S^*)	20,5
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung (S_r)	3,18
Variationskoeffizient (VK_r)	0,807%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	13,3
Variationskoeffizient (VK_R)	3,37%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	18,3
Untere Grenze des Zielbereichs	362
Obere Grenze des Zielbereichs	436
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	9,70
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	86%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

86% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

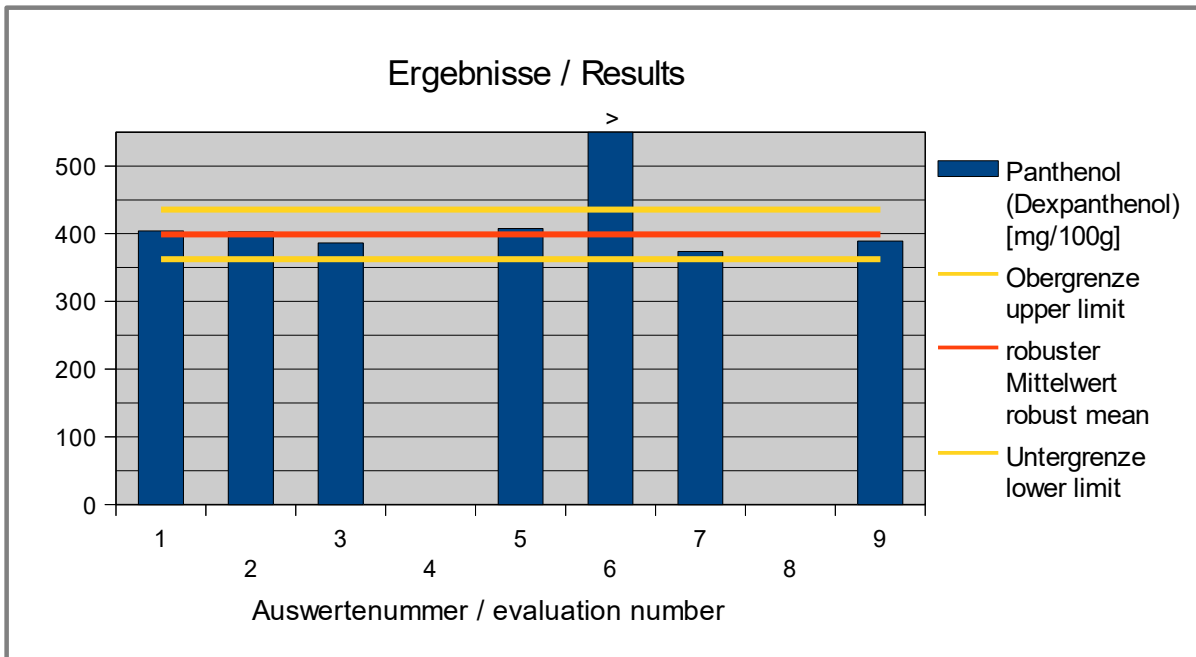


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse / Results Panthenol

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht durchgeführt.

**Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	Panthenol (Dexpanthenol) [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1	404 *	4,9	0,27	
2	403	3,9	0,22	
3	387	-12,6	-0,68	
4				
5	408	8,4	0,46	
6	722	323	18	
7	374	-25,5	-1,4	
8				
9	389	-10,1	-0,55	

* Mittelwert von DLA berechnet

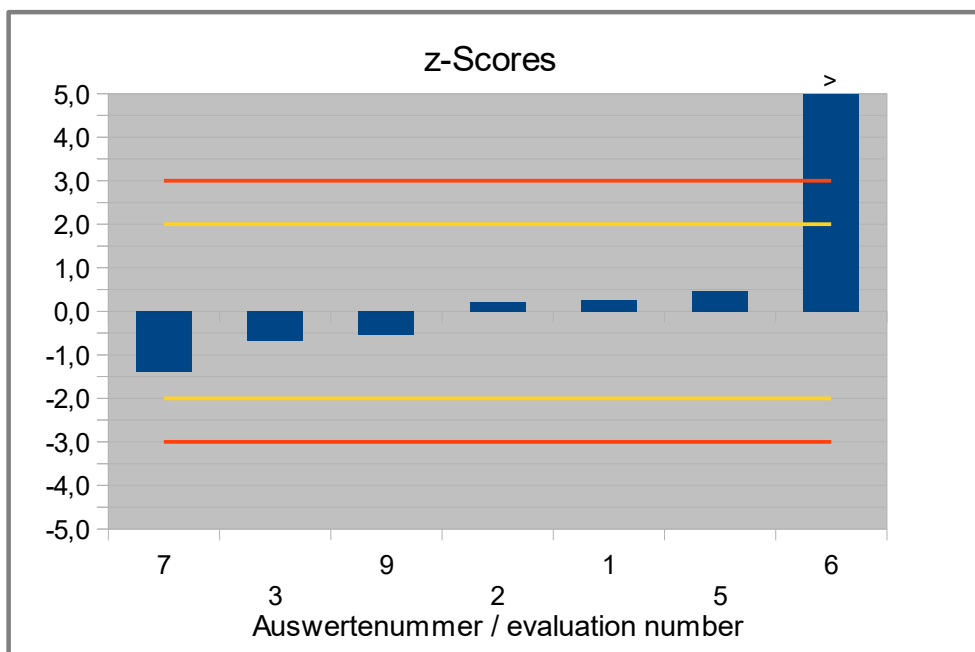


Abb. / Fig. 5: z-Scores Panthenol

4.3 DL-alpha-Tocopherylacetat in mg/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	40,1
Robuster Mittelwert	40,2
Median (X_{pt})	41,9
Robuste Standardabweichung (S^*)	9,47
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,27
Variationskoeffizient (VK_r)	3,17%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	8,51
Variationskoeffizient (VK_R)	21,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	4,98
Untere Grenze des Zielbereichs	31,9
Obere Grenze des Zielbereichs	51,9
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	4,19
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	75%

Bezugswert (X_{pt}): Median (vgl. 3.1)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine leicht erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von $> 2,0$ auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z' -Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 1,9.

75% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

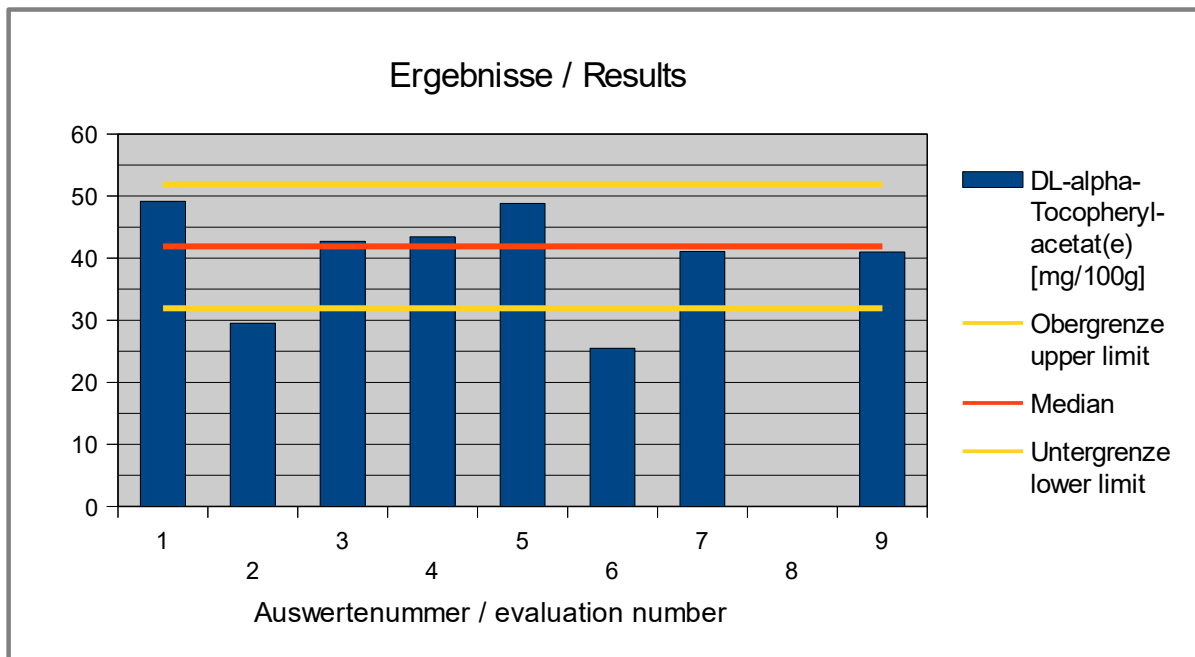


Abb. / Fig. 6: Ergebnisse DL-alpha-Tocopherylacetat / Results DL-alpha-tocopheryl acetate

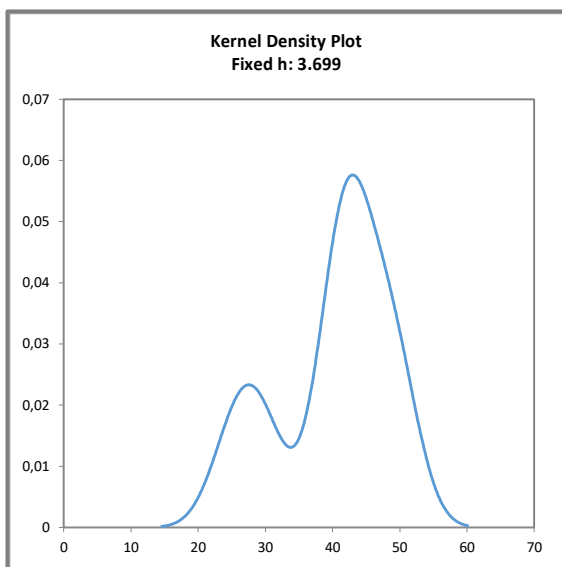


Abb. / Fig. 7:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Kernel density plot of results (with $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einem Nebenpeak bei etwa 28 mg/100g, der auf zwei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgeht.

**Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:**

Auswertenummer	DL-alpha-Tocopherylacetat(e)	Abweichung	z'-Score	Hinweis
Evaluation number	[mg/100g]	[mg/100g]	(σ_{pt})	Remark
1	49,2 *	7,25	1,5	
2	29,5	-12,4	-2,5	
3	42,7	0,80	0,16	
4	43,4	1,53	0,31	
5	48,8	6,90	1,4	
6	25,5	-16,4	-3,3	
7	41,1	-0,81	-0,16	
8				
9	41,0	-0,90	-0,18	

* Mittelwert von DLA berechnet

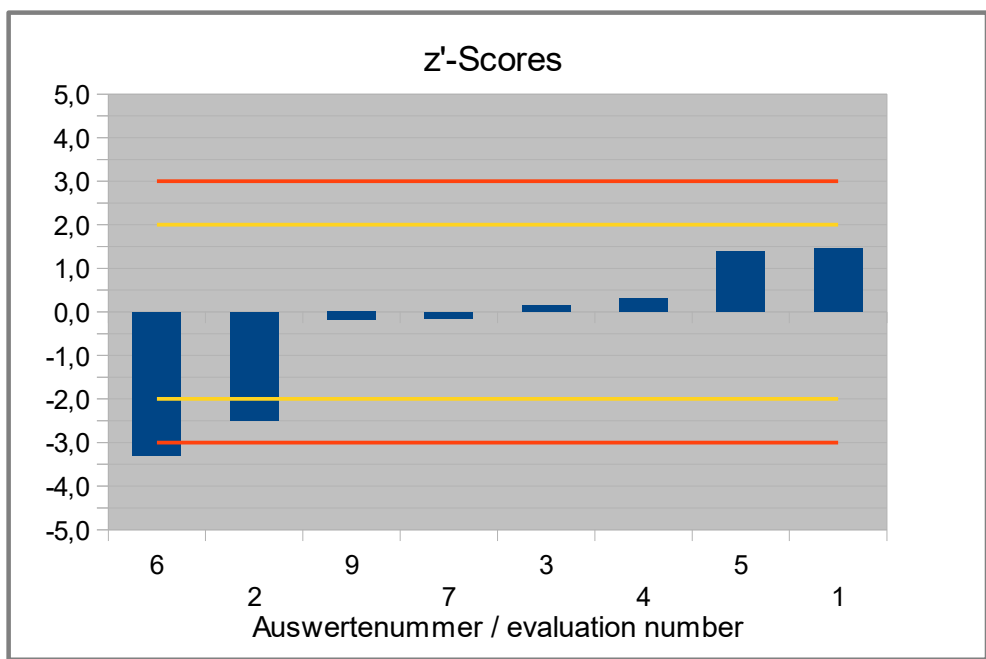


Abb. / Fig. 8: z'-Scores DL-alpha-Tocopherylacetat / DL-alpha-tocopheryl acetate

4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Auswertenummer	Coenzym Q10	Panthenol	D,L-alpha-Tocopherylacetat
	z-Score	z-Score	z'-Score
1	2,5	0,27	1,5
2	-0,31	0,22	-2,5
3	-0,10	-0,68	0,16
4			0,31
5	-1,5	0,46	1,4
6	-0,10	18	-3,3
7	1,0	-1,4	-0,16
8	-1,2		
9	0,29	-0,55	-0,18

Bewertung des z-Scores / valuation of z-score (DIN ISO 13528:2009-01):

-2 ≤ z-score ≤ 2 erfolgreich / successful (in green)

-2 > z-score > 2 „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)

-3 > z-score > 3 „Eingriffssignal“ / action signal (in red)

5. Dokumentation

Hinweis: Angaben in englischer Sprache wurden von DLA nach bestem Wissen ins Deutsche übersetzt (ohne Gewähr der Richtigkeit).

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestim- mungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Coenzym Q10 (Ubiquinon)	1	mg/100g	30	12	17.12.		8	8,1	1	nein	
	2	mg/100g	20	22	04.01.2022	6,48	6,39	6,57	2	nein	
	3	mg/100g	5	37	03.01.2022	6,6	6,4	6,8	2	nein	-
	4	mg/100g									
	5	mg/100g	3	39	21. Jan	5,83	5,27	6,38	0,1	nein	entfällt
	6	mg/100g	8	34	23. Dez	6,6	6,8	6,4		nein	
	7	mg/100g	2	40	05.01.2022	7,24	7,3	7,17	1	nein	
	8	mg/100g	4	38	26.01.2022	5,97	6,05	5,88	1 mg/100g	nein	100%
	9	mg/100g	ptCO03 Nr. 15	ptCO03 Nr. 27	9.12.	6,82	6,82	6,82	10mg/100g	nein	99.8

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Panthenol (Dexpanthenol)	1	mg/100g	30	12	17.12.		403,5	404,4	1	nein	
	2	mg/100g	20	22	28.12.2021	403	399	407	50	nein	
	3	mg/100g	5	37	22.12.2021	386,5	387,7	385,2	20	nein	-
	4	mg/100g									
	5	mg/100g	3	39	13. Jan	407,5	408	407	0,01	nein	entfällt
	6	mg/100g	8	34	21. Jan	721,9	721,2	722,6		nein	
	7	mg/100g	2	40	17.12.2021	373,58	373,32	373,84	6	nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	ptCO03 Nr. 15	ptCO03 Nr. 27	7.12.	389	393	386	<0.5 g/kg	nein	96.1

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestim- mungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
DL-alpha- Tocophe- rylacetat	1	mg/100g	30	12	17.12.		49	49,3	1	nein	
	2	mg/100g	20	22	10.01.2022	29,5	30,3	28,7	10	nein	
	3	mg/100g	5	37	21.12.2021	42,7	42,5	42,8	25	nein	-
	4	mg/100g	32	10	06.01.	43,43	44	42,85	0,06	nein	
	5	mg/100g	3	39	18. Jan	48,8	48,2	49,3	1	nein	entfällt
	6	mg/100g	8	34	16. Dez	25,5	26,5	24,5		nein	
	7	mg/100g	2	40	11.01.2022	41,09	40,72	41,47	0,9	nein	
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	ptCO03 Nr. 15	ptCO03 Nr. 27	8.12.	41	39	43	<0.01g/100 g	nein	84.3

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestim- mungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
optional: andere To- copherol- verbindun- gen	1	mg/100g	30	12	17.12.		1,5	1,5	1	nein	
	2	mg/100g	20	22	10.01.2022	0,503	0,513	0,492	0,05	nein	
	3	mg/100g									
	4	mg/100g									
	5	mg/100g									
	6	mg/100g									
	7	mg/100g	2	40							
	8	mg/100g									
	9	mg/100g									

5.1.2 Analytische Methoden

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1	PV-SA-376				nein	ja	
	2	Hausmethode HPLC-DAD	Extraktion mit 1mL THF, 10 min Ultraschallbad und 3 mL Aceton, 10 min Ultraschallbad mit MeOH auffüllen	RP-HPLC DAD	extern	nein	ja	Normalerweise wird nur mit Aceton extrahiert. Die Gehalte bei Extraktion mit THF sind deutlich höher.
	3	Hausmethode, HPLC-DAD	-	HPLC-DAD	externe Kalibrierung	-	ja	
	4							
Coenzym Q10 (Ubiquinon)	5	SOP M 849, HPLC/UV		HPLC/UV Hausmethode	vorhanden		nein	
	6	HPLC Hausmethode					nein	
	7	M 12.4113.01 (2010-02)		HPLC-DAD			ja	
	8	AOAC, Vol. 90, No. 5, 2007 / J AOAC Int. 2008; 91(4): 702–708	Extraktion mit Acetonitril/Tetrahydrofuran/Wasser	HPLC-DAD	Kalibration: Sigma Aldrich C9538	ja (Bodylotion)	ja	
	9	Bestimmung des Coenzym Q10 in kosmetischen Mitteln			fünf-Punkt-Kalibration	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Panthenol (Dexpanthenol)	1	PV-SA-344				nein	ja	
	2	Hausmethode HPLC-DAD	Extraktion mit Kaliumhydrogenphosphatpuffer (20 mmol, pH 3)	RP-HPLC DAD	extern	nein	ja	
	3	Hausmethode, HPLC-DAD	-	HPLC-DAD	externe Kalibrierung	-	ja	
	4							
	5	SOP M 3656, LC-MS/MS		LC-MS/MS Hausmethode	vorhanden		nein	
	6	HPLC Hausmethode					nein	
	7	M 12.4112.06 (2018-11)		HPLC-DAD			ja	
	8							
	9	Bestimmung von Allantoin und Panthenol in kosmetischen Mitteln				fünf-Punkt-Kalibration	nein	ja

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
DL-alpha-Tocopherylacetat	1	PV-SA-376				nein	ja	
	2	Hausmethode HPLC-FLD	Extraktion mit Isopropanol	RP-HPLC FLD	extern	nein	ja	
	3	Hausmethode, HPLC-DAD	-	HPLC-DAD	externe Kalibrierung	-	ja	
	4	Bestimmung von fettlöslichen Vitaminen (Vitamin A, E) mittels Flüssigchromatographie-Methode mit FLD-Nachweis		HPLC mit FLD				
	5	SOP M 659, HPLC/UV		HPLC/UV Hausmethode	vorhanden		ja	
	6	HPLC Hausmethode					nein	
	7	M 12.3415.01 (2021-07)		HPLC-DAD			ja	
	8							
	9	Bestimmung der Vitamine A und E in kosmetischen Mitteln				fünf-Punkt-Kalibration	nein	ja

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
optional: andere Tocopherolverbindungen	1	PV-SA-376				nein	ja	
	2	Hausmethode HPLC-FLD	Extraktion mit Isopropanol	RP-HPLC FLD	extern	nein	ja	Tocopherol
	3							
	4							
	5							
	6							
	7							
	8							
	9							

5.2 Homogenität

5.2.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen der Teilnehmer lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials zur Information darstellen:

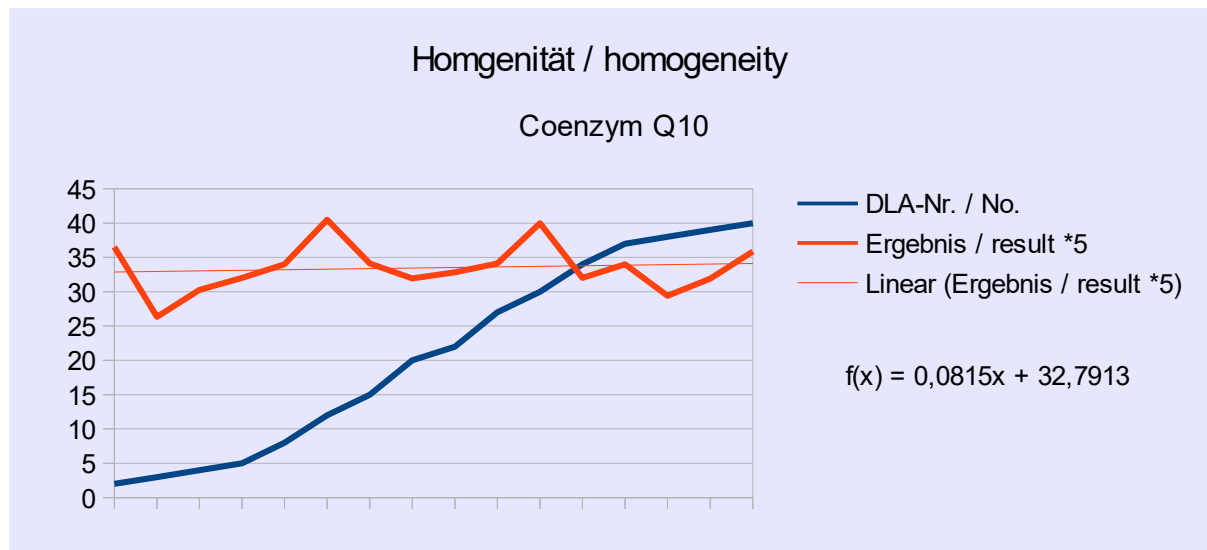


Abb./Fig. 9:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: Coenzym Q10 (1*5 dargestellt)
 trend line function sample number vs. results: Coenzyme Q10(1*5 shown)

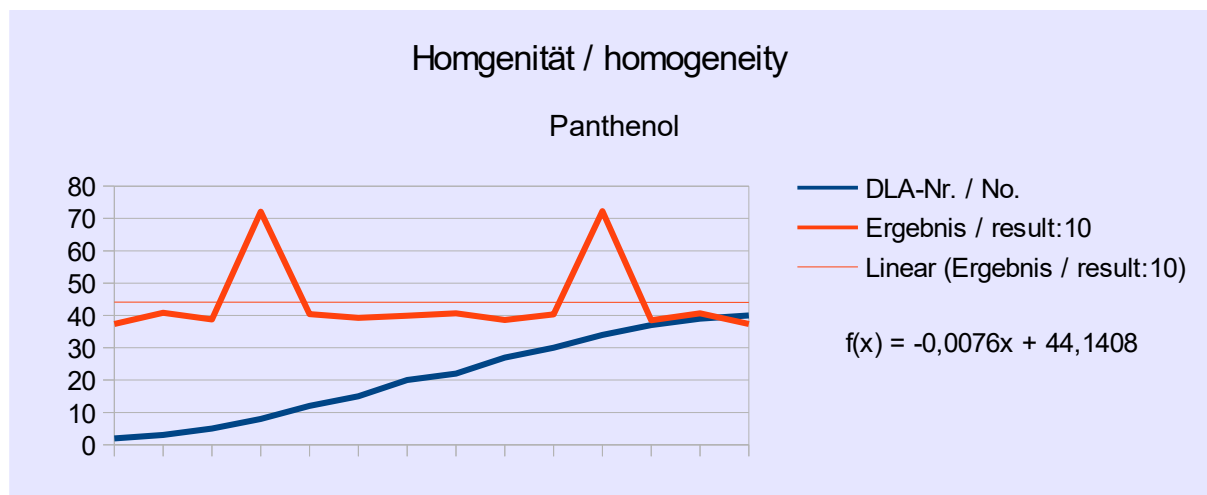


Abb./Fig. 10:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: Panthenol (1/10 dargestellt)
 trend line function sample number vs. results: Panthenol (1/10 shown)

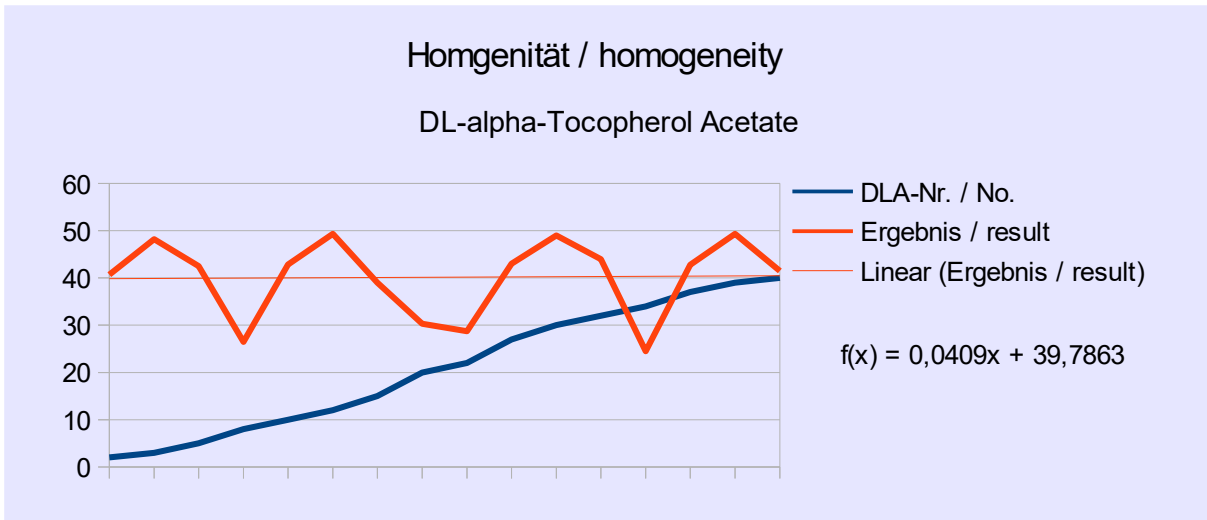


Abb./Fig. 11:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: DL-alpha Tocopherylacetat
 trend line function sample number vs. results: DL-alpha Tocopheryl acetate

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

Vor der LVU wurden den Teilnehmern im Proben-Anschreiben folgende Informationen mitgeteilt:

EP-Nummer	DLA ptCO03 - 2021
EP-Name	Kosmetische Mittel III: Coenzym Q10, Panthenol und Tocopherol in Hautcreme
Probenmatrix*	Proben I + II: Hautcreme, handelsübliche Zusammensetzung
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 25 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: gekühlt 2 - 10 °C
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Coenzym Q10 (Ubiquinone), Panthenol und Tocopherol (Tocopherolacetat)
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe I und II sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe I und II), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe I und II - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Letzter Abgabetermin	spätestens 28. Januar 2022
Auswerteberechtigt	Der Auswerteberechtigt wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler-Scharf

* Die Kontrolle der Mischungshomogenität wird von DLA durchgeführt. Ggf. werden die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern von DLA im Unterauftrag vergeben.

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		USA
		ÖSTERREICH
		TSCHECHIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland

[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswert-Berichts nicht angegeben.]

[The address data of the participants were deleted for publication of the evaluation report.]

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 – 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 – 196 (2006)
12. AMC Kernel Density – Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)

DLA ptCO03 (2021) – Kosmetische Mittel III

9 von 10 Teilnehmern haben Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Coenzym Q10, Panthenol und Tocopherol (Tocopherylacetat) in Hautcreme erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz. Es lagen 75% bis 88% der Teilnehmerergebnisse im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

2 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Österreich, Tschechien) und 1 Teilnehmer in den USA.