

Ringversuch Pharmaglycerin

Als wichtiges Instrument zur Qualitätssicherung bietet die Arbeitsgemeinschaft Qualitätsmanagement Biodiesel e.V. (AGQM) diesen Ringversuch für Pharmaglycerin an. Mit dem Ringversuch soll Betriebslaboratorien und kommerziellen Dienstleistungslaboratorien die Möglichkeit gegeben werden, eine externe Qualitätssicherung für ausgewählte Parameter der Pharmaglycerin-Analytik durchzuführen. Als Nachweis über die Messleistung des Labors erhält jeder Teilnehmer ein Zertifikat.

Die AGQM befasst sich als technischer Verband der deutschen Biodieselindustrie vor allem mit Fragen der Qualitätssicherung rund um den Kraftstoff Biodiesel und dessen Kuppelprodukte. Glycerin als wichtigem Kuppelprodukt der Biodieselherstellung kommt dabei eine besondere Bedeutung zu. Die Verwendung von Glycerin aus diversen Quellen lag früher vor allem im kosmetischen und technischen Bereich, verlagert sich jedoch immer weiter zum höherwertigen Pharmaglycerin (Reinheit >99,5 %), das durch die Aufreinigung von Rohglycerin gewonnen wird.

Proben, Parameter und Prüfverfahren

Die Proben werden aus einer Charge von einem zertifizierten analytischen Labor mit Erfahrung in der Herstellung von Ringversuchsproben hergestellt und verschickt. Dabei erhält jeder Teilnehmer vier Proben, jeweils 500 ml „Glycerin A“ und „Glycerin B“ sowie jeweils 50 ml „Sulfatasche A“ und „Sulfatasche B“. Mit beiden Proben sollen die Parameter des Ringversuches Pharmaglycerin mit den angegebenen Methoden (siehe Tabelle 1 und 2) in Doppelbestimmung bestimmt werden.

Die Glycerinproben („Glycerin A“ und „Glycerin B“) werden nach ausgewählten Methoden der Europäischen Pharmakopöe (erhältlich im Govi-Verlag) in der aktuellen Fassung und ausgewählten zusätzlichen Normmethoden (erhältlich im Beuth-Verlag) untersucht. Tabelle 1 zeigt eine Übersicht der zu bestimmenden Parameter, der zu verwendenden Methoden und über die Angabe der Ergebnisse. Erstmalig wird die Bestimmung der Elemente nach DIN EN ISO 11885 um die Bestimmung der Schwermetalle ergänzt.

Tabelle 1 Übersicht der Parameter, Methoden und Angabe der Ergebnisse

Parameter	Methode	Anzahl der Dezimalstellen für die Angabe der Einzelwerte	Einheit
Glyceringehalt	PhEur 9.2 / 0496	2	% (m/m)
Estergehalt	PhEur 9.2 / 0496	2	ml 0,1 M HCl
Wassergehalt	PhEur 9.2 / 2.5.12	4	% (m/m)
Dichte bei 20°C	EN ISO 12185	4	g/ml
Brechungsindex n_D^{20}	PhEur 9.2 / 2.2.6	4	keine
Farbe	EN ISO 6271-2	0	keine
Bestimmung der Elemente (Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Sr, Tl, Zn)	DIN EN ISO 11885	3	mg/kg



Für die Bestimmung der Sulfatasche werden erstmals zwei Sonderproben (50 mL „Sulfatasche A“ und 50 mL „Sulfatasche B“) zur Verfügung gestellt. In beiden Proben soll die Sulfatasche nach der in Tabelle 2 angegebenen Methode der aktuellen Europäischen Pharmakopöe in Doppelbestimmung bestimmt werden.

Tabelle 2: Übersicht der Parameter, Methode und Angabe der Ergebnisse für Proben „Sulfatasche A/B“

Parameter	Methode	Anzahl der Dezimalstellen für die Angabe der Einzelwerte	Einheit
Sulfatasche	PhEur 9.2 / 2.4.14	3	% (m/m)

Zeitplan

Dezember/Januar	Anmeldung für den Ringversuch
Januar / Februar	Versand der Proben und Durchführung des Ringversuchs
Februar / März	Abgabe der Ergebnisse und Datenerfassung
März / April	Auswertung der Daten
April	Versand der Teilnahmezertifikate

Kosten

Für die Teilnahme am Ringversuch Pharmaglycerin gelten folgende Preise:

Teilnehmer aus Deutschland:	590,00 Euro*
Internationale Teilnehmer:	645,00 Euro*

* Alle Preise gelten zzgl. der gesetzlichen MwSt. in Höhe von 19%. Der Teilnahmebeitrag ist in Euro zu bezahlen. (Innerhalb der EU kann sich das Unternehmen ggf. durch die Mitteilung der USt-IdNr. von der MwSt. befreien lassen. Ist der Leistungsempfänger in einem Drittland ansässig, kann der Nachweis der Unternehmereigenschaft durch eine Bescheinigung einer Behörde des Sitzstaates geführt werden, in der diese bescheinigt, dass der Leistungsempfänger dort als Unternehmer erfasst ist.).

Der höhere Beitrag für internationale Teilnehmer ergibt sich aus den höheren Versandkosten. Die Proben können an Teilnehmer außerhalb Europas aus organisatorischen Gründen erst nach Eingang der Teilnahmegebühr versandt werden.

Auswertung

Die Auswertung erfolgt durch den Fachausschuss für Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) nach den international anerkannten Regeln der DIN EN ISO 4259 und unter Verwendung statistischer Verfahren zur Ermittlung von Ausreißern. Offensichtlich nicht sachgerecht erzeugte Messwerte werden nicht in der Auswertung berücksichtigt. Zu diesen gehören z.B.:

- Ergebnisse in einer falschen Einheit
- nicht numerische Angaben, z. B. „< 0.3“
- Ergebnisabgabe nur eines einzelnen Messwertes der Doppelbestimmung



Zusätzlich zur Gesamtauswertung wird für Einzelnachweise eine normierte Darstellung mit „Z-Scores“ (normierte Abweichungen) vorgenommen.

Anmeldung

Die verbindliche Anmeldung erfolgt über den folgenden Link: <http://rrt.agqm-biodiesel.com>

Sollten Sie bereits einen Benutzer erstellt haben, können Sie sich mit diesem und Ihrem selbst gewählten Passwort einfach wieder anmelden.

Durch das Setzen des Hakens bei „Hiermit melde ich mich verbindlich und kostenpflichtig zum Ringversuch an“ bestätigen Sie Ihre verbindliche Teilnahme.

Nach erfolgreicher Registrierung wird eine PDF-Datei erzeugt und eine Teilnehmernummer vergeben. Bitte speichern Sie diese Datei ab, indem Sie auf den roten Button „Registrierung“ klicken. Nachdem Sie die Datei ausgedruckt haben, unterschreiben Sie diese und schicken Sie das unterschriebene Formular entweder per Fax oder E-Mail zurück an:

Fax: +49 (0)30/ 39 50 60 50

E-Mail: anja.baeumer@agqm-biodiesel.de

Erst dann ist Ihre Registrierung vollständig abgeschlossen. Sollte von Ihnen kein unterschriebenes Formular eingehen, gilt die Registrierung als unvollständig und kann nicht berücksichtigt werden.

Anmeldeschluss ist der 12.01.2018.

Abgabe der Ergebnisse

Die Abgabe der Ergebnisse erfolgt über eine Online-Maske der AGQM, zu der jeder Teilnehmer unter Angabe seines Benutzernamens und seines selbst gewählten Passwortes Zugang erhält.

Dort können die ermittelten Ergebnisse für alle Parameter der Proben A und der Proben B in die dafür vorgesehenen Felder eingetragen werden. Für jede Probe sind die beiden Einzelwerte aus der Doppelbestimmung mit einer definierten Anzahl von Dezimalstellen anzugeben (siehe Tabelle 1 und 2).

Wenn Sie Ihre Ergebnisse in die Online Maske eingetragen haben, können Sie die Daten durch klicken auf „Speichern“ zwischenspeichern. Durch Klicken auf „Speichern und Abschließen“, werden die Daten übermittelt, wenn Sie anschließend mit „OK“ bestätigen. Die Daten können dann nicht mehr bearbeitet werden. Nach erfolgreicher Übermittlung Ihrer Daten können Sie eine PDF-Datei abrufen („Eingetragene Werte“), in der noch einmal alle von Ihnen ermittelten Ergebnisse aufgelistet sind. Das Formular auf der ersten Seite, mit dem Sie noch einmal die Richtigkeit Ihrer Ergebnisse bestätigen, senden Sie bitte unterschrieben per Fax oder E-Mail an uns zurück. **Erst wenn das unterschriebene Formular in der Geschäftsstelle eingegangen ist, gelten die Ergebnisse als erfolgreich übermittelt.**

Ergebnisdarstellung

Nach Verarbeitung der Ergebnisse erhält jeder Teilnehmer einen Bericht mit statistischer Auswertung aller Daten in elektronischer Form. Die abgegebenen Messergebnisse werden anonym dargestellt, können aber über die persönliche Teilnehmernummer individuell nachvollzogen werden. **Zusätzlich zum Bericht erhält jeder Teilnehmer ein Teilnahmezertifikat.**



Ansprechpartner

Fachliche Fragen:

Maren Dietrich

E-Mail: maren.dietrich@agqm-biodiesel.de

Telefon: +49 (0)30 / 31 90 44 37

Organisatorische Fragen:

Anja Bäumer

E-Mail: anja.baeumer@agqm-biodiesel.de

Telefon: +49 (0)30 / 31 90 44 39

Haftungsausschluss

Die AGQM hat die Informationen zum Ringversuch nach bestem Wissen zusammengestellt und führt Probenversand und Auswertung auf der Basis des aktuellen Standes der Technik durch. Dennoch können Fehler im Einzelfall nicht ausgeschlossen werden. Die AGQM übernimmt keine Haftung, insbesondere nicht für Folgen aus fehlerhaften Zertifikaten. Die AGQM wird sich in solchen Fällen bemühen, betroffenen Teilnehmern kurzfristig ein korrigiertes Zertifikat zur Verfügung zu stellen. Fehler, die auf die Gesamtaussage des Ringversuchs keine Auswirkung haben, werden ausschließlich in den individuellen Datenfiles korrigiert.

Berlin, 29. November 2017

Maren Dietrich