

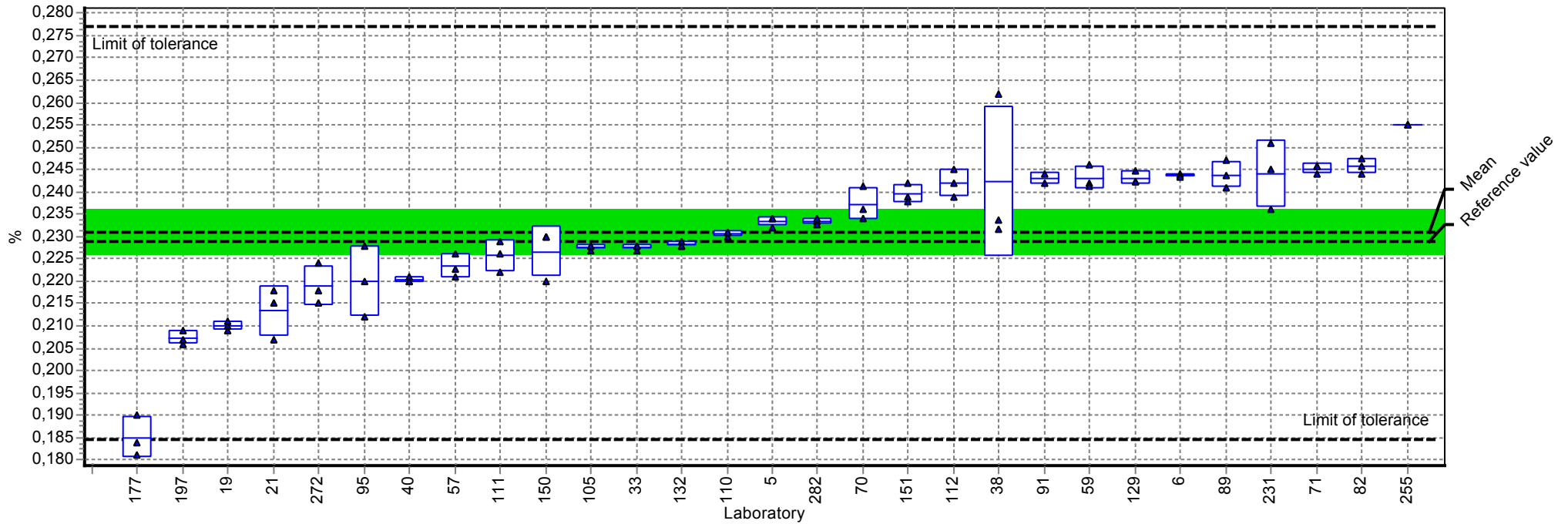
Laboratory mean values and z-scores

Laboratory	Measurands									
	lead	Z score	mangan	Z score	nickel	Z score	iron	Z score	cobalt	Z score
Measurement unit	%		%		%		%		%	
—	—		—		—		—		—	
5	0,2333	0,106	0,2573	0,368	0,0233	0,572	0,1717	0,291	0,023	0,323
6	0,2437	0,556	0,2479	-0,011	0,0233	0,560	0,1662	-0,036	0,023	0,258
19	0,2100	-0,905	0,2717	0,946	0,0205	-0,727	0,1560	-0,649	0,021	-0,724
21	0,2133	-0,760	0,2200	-1,136	0,0203	-0,787	0,1710	0,251	0,020	-0,874
33	0,2277	-0,140	0,2537	0,221	0,0221	-0,002	0,1727	0,351	0,024	0,772
38	0,2424	0,500	0,2489	0,027	0,0237	0,738	0,1578	-0,541	0,024	0,921
40	0,2203	-0,457	0,2380	-0,411	0,0224	0,164	0,1627	-0,249	0,023	0,398
57	0,2234	-0,327	0,2462	-0,081	0,0219	-0,069	0,1432	-1,416	0,022	-0,192
59	0,2431	0,527	0,2236	-0,989	0,0235	0,632	0,1639	-0,175	0,024	0,607
70	0,2373	0,276	0,2495	0,055	0,0227	0,273	0,1707	0,232	0,022	0,043
71	0,2452	0,621	0,2610	0,516	0,0239	0,844	0,1767	0,592	0,024	0,712
82	0,2457	0,642	0,2597	0,463	0,0228	0,312	0,1735	0,399	0,023	0,215
89	0,2438	0,561	0,2582	0,402	0,0219	-0,075	0,1674	0,033	0,022	-0,187
91	0,2430	0,524	0,2655	0,697	0,0228	0,308	0,1765	0,580	0,023	0,278
95	0,2200	-0,472	0,2230	-1,015	0,0197	-1,089	0,1700	0,191	0,020	-1,173
105	0,2277	-0,140	0,2500	0,073	0,0218	-0,123	0,1630	-0,229	0,023	0,173
110	0,2307	-0,010	0,2347	-0,545	0,0207	-0,606	0,1680	0,071	0,022	-0,306
111	0,2257	-0,226	0,2320	-0,652	0,0212	-0,380	0,1493	-1,048	0,022	-0,291
112	0,2420	0,481	0,2573	0,368	0,0234	0,617	0,1733	0,391	0,024	0,787
129	0,2431	0,530	0,2614	0,534	0,0236	0,708	0,2004	2,015	0,025	1,056
132	0,2283	-0,111	0,2413	-0,276	0,0220	-0,032	0,1587	-0,489	0,022	-0,126
150	0,2267	-0,183	0,2300	-0,733	0,0203	-0,787	0,1700	0,191	0,021	-0,575
151	0,2397	0,380	0,2500	0,073	0,0200	-0,938	0,1743	0,450	0,023	0,173
177	0,1850	-1,988	0,1993	-1,969	0,0183	-1,694	0,1357	-1,867	0,018	-2,000
197	0,2073	-1,020	0,2590	0,436	0,0203	-0,818	0,1537	-0,788	0,021	-0,739
231	0,2440	0,568	0,2897	1,671	0,0262	1,856	0,1707	0,231	0,023	0,308
252			0,3045	2,269	0,0225	0,194			0,023	0,278
255	0,2550	1,044	0,2600	0,476	0,0250	1,327	0,1650	-0,109	0,024	0,772
272	0,2190	-0,515	0,2454	-0,111	0,0205	-0,712	0,1905	1,418	0,021	-0,724
282	0,2335	0,112	0,2504	0,089	0,0220	-0,032	0,1696	0,167	0,023	0,188
Measurement unit	%		%		%		%		%	
outliers	0		0		0		0		0	
No. of laboratories after elimination of outliers	29		30		30		29		30	
Assessment	Z <=2,000		Z <=2,000		Z <=2,000		Z <=2,000		Z <=2,000	
Mean	0,2309		0,2482		0,0221		0,1668		0,022	
Reproducibility s.d.	0,0154		0,0192		0,0018		0,0132		0,0016	
Rel. reproducibility s.d.	6,68 %		7,74 %		8,20 %		7,88 %		7,40 %	
Rel. target s.d.	10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %	
Target s.d.	0,0231		0,0248		0,0022		0,0167		0,002	
Reference value	0,2290		0,2310		0,0227		0,1690		0,021	
Lower limit of tolerance	0,1847		0,1986		0,0177		0,1335		0,018	
Upper limit of tolerance	0,2771		0,2978		0,0265		0,2002		0,027	
Lower confidence limit	0,2253		0,2413		0,0214		0,1621		0,022	
Upper confidence limit	0,2365		0,2551		0,0227		0,1715		0,023	

z-score >2

Summary results

Measurand:	lead	Mean:	0,2309 %
Method:	ISO 5725	Reproducibility s.d.:	0,0154 %
No. of laboratories:	29	Rel. reproducibility s.d.:	6,68%
		Tolerance limits:	0,1847 - 0,2771 % ($ Z \text{ score} < 2,00$)



Summary results

Measurand: mangan

Method: ISO 5725

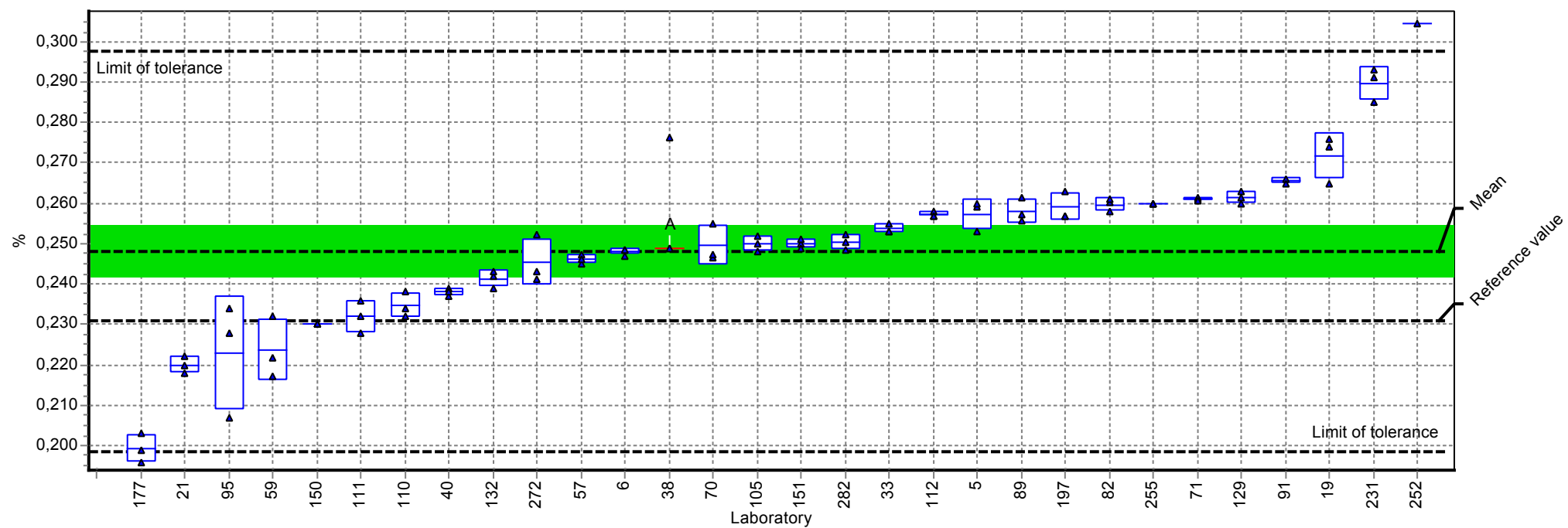
No. of laboratories: 30

Mean: 0,2482 %

Reproducibility s.d.: 0,0192 %

Rel. reproducibility s.d.: 7,74%

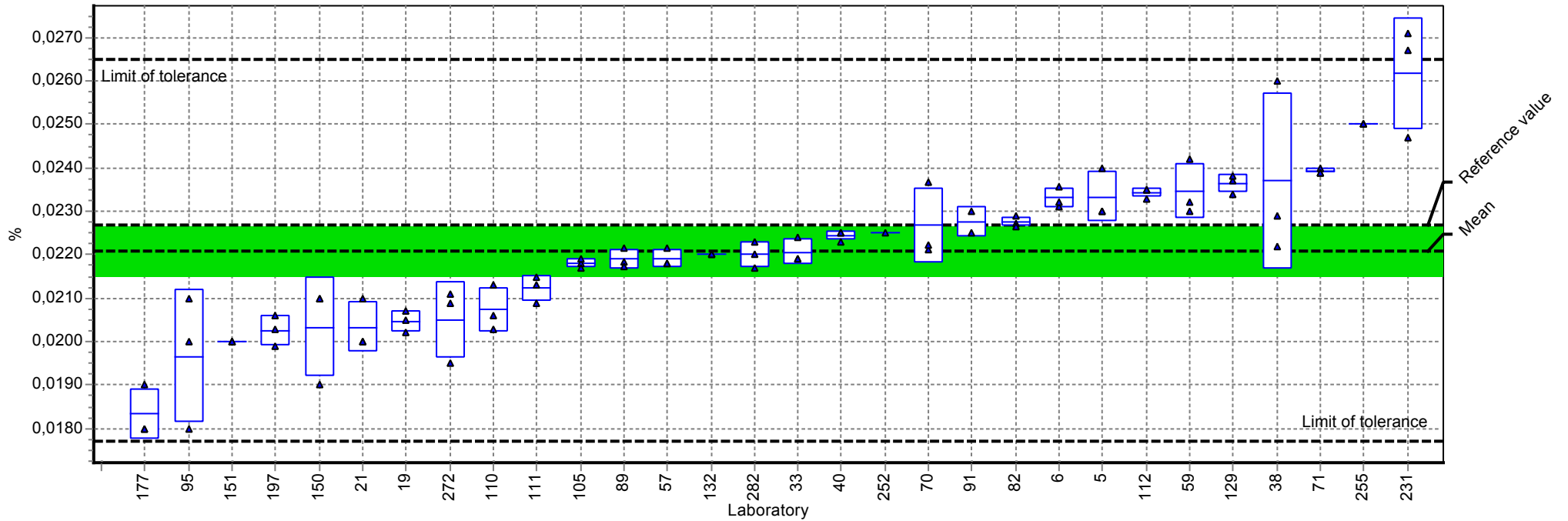
Tolerance limits: 0,1986 - 0,2978 % ($|Z \text{ score}| < 2,00$)



Summary results

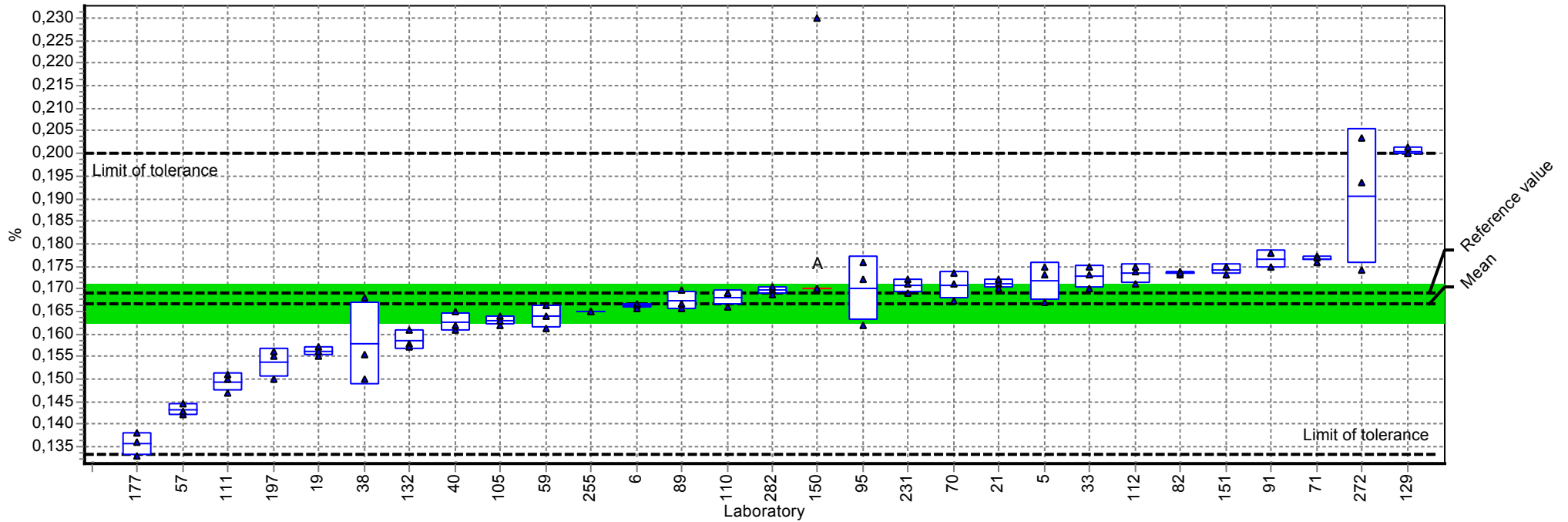
Measurand: nickel
Method: ISO 5725
No. of laboratories: 30

Mean: 0,0221 %
Reproducibility s.d.: 0,0018 %
Rel. reproducibility s.d.: 8,20%
Tolerance limits: 0,0177 - 0,0265 % ($|Z \text{ score}| < 2,00$)



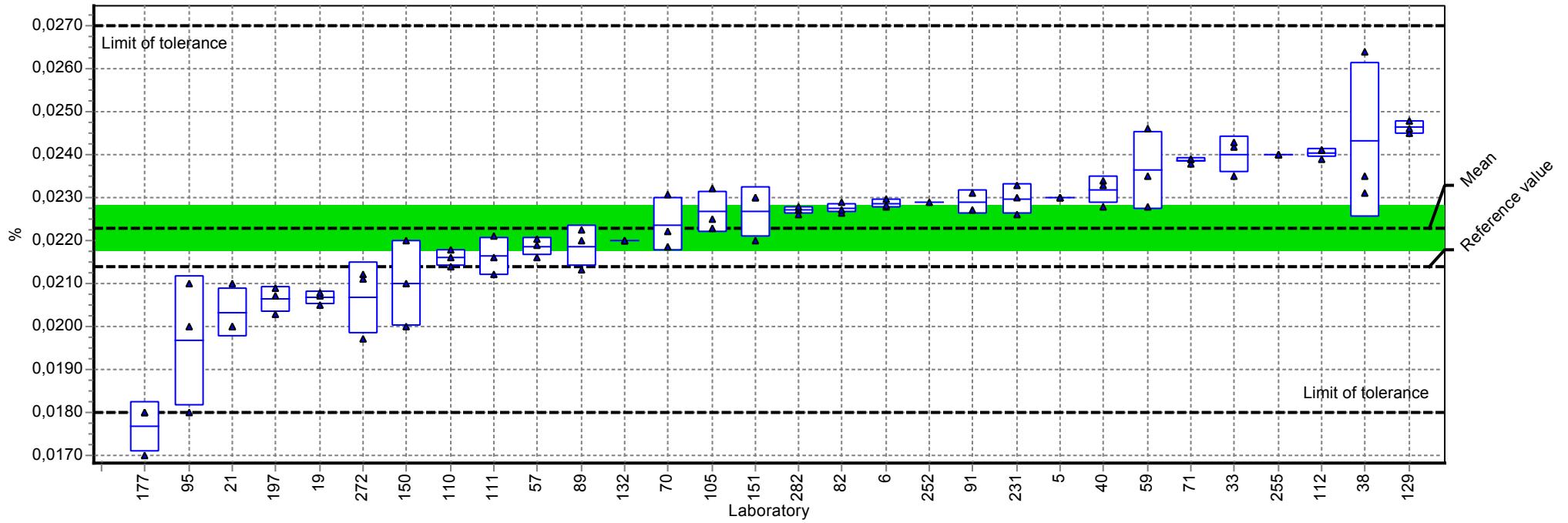
Summary results

Measurand:	iron	Mean:	0,1668 %
Method:	ISO 5725	Reproducibility s.d.:	0,0132 %
No. of laboratories:	29	Rel. reproducibility s.d.:	7,88%
		Tolerance limits:	0,1335 - 0,2002 % ($ Z \text{ score} < 2,00$)



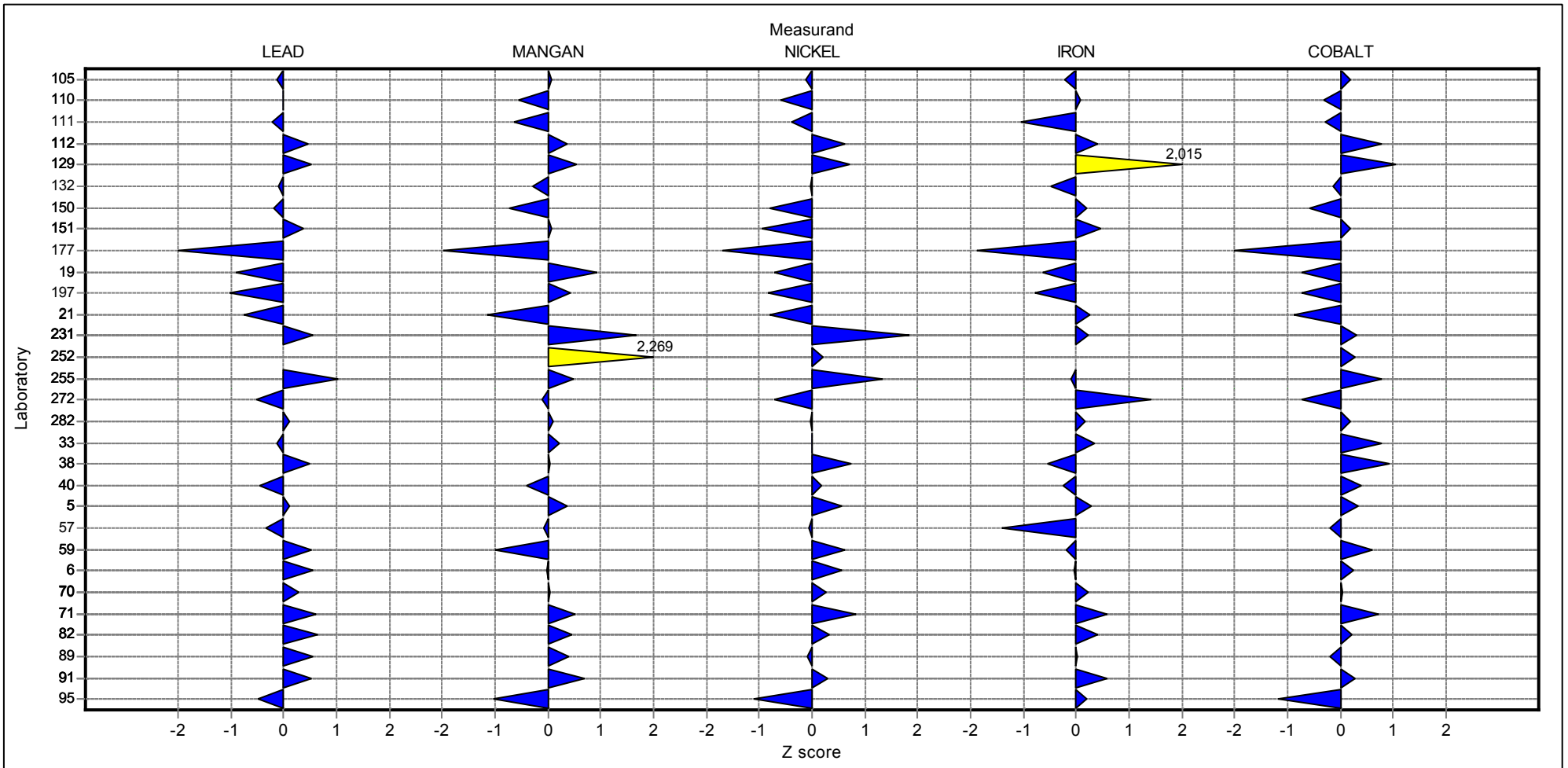
Summary results

Measurand:	cobalt	Mean:	0,0223 %
Method:	ISO 5725	Reproducibility s.d.:	0,0016 %
No. of laboratories:	30	Rel. reproducibility s.d.:	7,40%
		Tolerance limits:	0,0180 - 0,0270 % (Z score < 2,00)



Sample chart of Z scores

Sample: sample 1



Questions and Answers

Participant	pulping method	acid concentration
5	IFA-Methode 6015	65% HNO ₃ , 30% HCl
6	Aufschluß nach IFA-Arbeitsmappe 6015	HCl:25%,HNO ₃ :65%
19	BGIA 6015 gem. Vorgabe	HCl: 25%, HNO ₃ : 65%
33	Standardaufschluss nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	HNO ₃ -65%, HCl-25%
38	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015	HNO ₃ 65% supra : HPLC 30% supra
57	Standardaufschluss	HNO ₃ 65 %, HCl 25 %
59	Standardaufschluß nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	26 ml HNO ₃ 65 % und 13 ml HCl 25 %
70	Königswasseraufschluss	65%ige Salpetersäure : 30%ige Salzsäure
71	nach IFA-Arbeitsmappe 6015	Salpetersäure 65% ; Salzsäure 30 %
82	Standardaufschluß nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	Salpetersäure 65%, Salzsäure 30%
89	IFA-Arbeitsmappe 6051	HNO ₃ 65%, HCl 30%
91	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015
95	BGIA-Arbeitsmappe Blatt 6015	HNO ₃ : 65%, HCl: 25%
105	Standardaufschluß (Blatt 6015)	HNO ₃ (65%ig), HCl (25%ig)
110	Std-Aufschluss nach IFA-Arbeitsmappe 6015	HNO ₃ 65%, HCl 25%
111	Standardaufschluß nach BGIA	HNO ₃ 65% HCl 30%
112	Königswasseraufschluss unter Rückfluss	HNO ₃ 65% + HCl 25%
129	DFG	65% Salpetersäure, 25% Salzsäure
132	BGIA-Arbeitsmappe Blatt 6015	w(HNO ₃)=65%, w(HCl)=25%
150	Standardaufschluss nach BGIA Blatt 6015	65% Salpetersäure, 25% Salzsäure
151	reflux on hotplate	13 ml 25% HCl, 26 ml 65% HNO ₃
177	Standardaufschluss nach BGIA Arbeitsmappe (Blatt 6015)	Salpetersäure 65 % (26 mL), Salzsäure 25 % (13 mL)
197	lt. Anlage zum RV	lt. Anlage zum RV
231	IFA Arbeitsmappe 6015	HNO ₃ 65%, HCl 25%
255	IFA 6015	HNO ₃ (65 %) / HCl (25 %)
272	Standardaufschluss nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	Salpetersäure 65 %ig./ Salzsäure 25 %-ig

Ringversuch metals 2011

Participant	pulping method	acid concentration
282	Standardaufschluss nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	HNO3 65 %, HCl 25 %

Participant	mixing ratio	dust weight	time of pulping
5	1:3 (HCl:HNO3)	100 mg	2 h
6	2-Vol.Teile Salpetersäure+1-Vol.Teil Salzsäure	100 mg	2 Stunden
19	1 Teil HCl: 2 Teile HNO3	100 mg	2 h
33	2+1	0,10-0,13	2 Stunden
38	2:1	100 mg	2 h
57	2 : 1	100 mg	2 h
59	2:1	ca. 110 mg	2 Stunden
70	2: 1	ca. genau 100 mg	2 h
71	2:1	200,2	2 h
82	2:1	90-100mg	2 Stunden
89	2:1	100mg	2 Stunden
91	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015
95	13ml HNO3/6,5ml HCL	110mg, 50mg, 54mg	0,17h
105	2 +1	100 mg	2h
110	2 Vol.-Teile HNO3, 1 Vol.-Teil HCl	100 mg	2h
111	2,6 : 1	100 mg	2 h
112	2:1 VT	100 mg	2 h
129	2:1 (Salpetersäure : Salzsäure)	403,40	2
132	26mL HNO3, 13mL HCl	100mg	2h
150	Salpetersäure: Salzsäure= 2:1	100	2 Stunden
151		100.33 mg, 98.77 mg, 101.11 mg	2 hours
177	2:1 (Salpetersäure : Salzsäure)	EW 1: 99,1 mg EW 2: 103,9 mg EW 3: 99,6 mg	2 Stunden unter Rückfluss
197	lt. Anlage zum RV	100	2h
231	26 ml HNO3 + 13 ml HCl	100 mg	2 Stunden
255	26 ml HNO3 / 13 ml HCl (2 : 1)	97,5 g bis 116,9 mg	2 h
272	2/1 V/V	110,3 mg 111,2 mg 118,0 mg	120 Minuten
282	2:1	100+/- 5 mg	2 h

Participant	reagent volume	pressure pulping	equipment
-------------	----------------	------------------	-----------

Ringversuch metals 2011

Participant	reagent volume	pressure pulping	equipment
5	100 ml	nein	offen
6	100 ml	nein	offen (Rückfluß)
19	25 ml	nein	offen
33	26ml HNO ₃ , 13ml HCl	nein	Kocher
38	39 ml	nein	geschlossen, KÖWA-Aufschlussapparatur
57	100 ml	Nein	offen
59	100 ml	nein	geschlossen (Rückfluß)
70	100 ml	Nein	offen
71	100 ml	nein	offen
82	100 mL	Nein	offen
89	19,5	nein	offen
91	BGIA Arbeitsmappe Blatt 6015	nein	Rückflussapparatur (Glas)
95	50ml	Nein	offen, Mikrowelle
105	40 ml	nein	offen, Rückfluss
110	100ml	Nein	offen
111	26 ml HNO ₃ 10 ml HCl	nein	offener Aufschluß mit Rückfluß
112	25 ml	nein	Rückflusskühler
129	100	nein	
132	100mL	Nein	Rundkolben mit Rückflusskühler
150	26 ml Salpetersäure und 13 ml Salzsäure	Nein	geschlossen
151	100 ml		open
177	100 mL	Nein	offen
197	100 ml	nein	KöWa-Rückfluß
231	100 ml	nein	Rückfluss
255	100 ml (bidest. Wasser)	nein	Rückflusskühler
272	39 ml	nein	Magnetrührer, Erlenmeyerkolben, Rückflusskühler
282	100 mL	nein	offen (Rückfluss)

Participant	method for lead	method for iron
5	ICP	ICP
6		ICP-OES
19	ICP-OES	ICP-OES

Ringversuch metals 2011

Participant	method for lead	method for iron
33	EN ISO 17294-2	EN ISO 11885
38	ICP-MS	ICP-MS
57	ICP-OES	ICP-OES
59	Flammen-AAS	Flammen-AAS
70	ICP-OES	ICP-OES
71	ICP-OES	ICP-OES
82	ICP-OES	ICP-OES
89	ICP-OES	ICP-OES
91	ICP-OES	ICP-OES
95	ICP/MS, in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ICP/MS, in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2
105	ICP - OES	ICP - OES
110	ICP	ICP
111	ICP-MS	ICP-MS
112	AES mittels ICP-OES	AES mittels ICP-OES
129	AAS/Flamme	AAS/Flamme
132	ICP	ICP
150	AAS Graphitrohr BGN AA 7.1.2 Nr. 19 Additionsmethode	AAS Graphitrohr BGN AA 7.1.2 Nr. 32 Additionsmethode
151	ICP	ICP
177	ICP-OES	ICP-OES
197	ICP-MS	ICP-MS
231	ICP-OES	ICP-OES
255	Graphitrohr-AAS	Graphitrohr-AAS
272	DIN EN ISO 11885 (E 22)	DIN EN ISO 11885 (E 22)
282	ICP-OES	ICP-OES
Participant	method for cobalt	method for mangan
5	ICP	ICP
6	ICP-OES	ICP-OES
19	ICP-OES	ICP-OES
33	EN ISO 17294-2	EN ISO 17294-2
38	ICP-MS	ICP-MS
57	ICP-OES	ICP-OES

Ringversuch metals 2011

Participant	method for cobalt	method for mangan
59	Flammen-AAS	Flammen-AAS
70	ICP-OES	ICP-OES
71	ICP-OES	ICP-OES
82	ICP-OES	ICP-OES
89	ICP-OES	ICP-OES
91	ICP-OES	ICP-OES
95	ICP/MS, in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2	ICP/MS, in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2
105	ICP - OES	ICP - OES
110	ICP	ICP
111	ICP-MS	ICP-MS
112	AES mittels ICP-OES	AES mittels ICP-OES
129	AAS/Flamme	AAS/Flamme
132	ICP	ICP
150	AAS Graphitrohr BGN AA 7.1.2 Nr. 26 Additionsmethode	AAS Graphitrohr BGN AA 7.1.2 Nr. - 24 Additionsmethode
151	ICP	ICP
177	ICP-OES	ICP-OES
197	ICP-MS	ICP-OES
231	ICP-OES	ICP-OES
255	Graphitrohr-AAS	Graphitrohr-AAS
272	DIN EN ISO 11885 (E 22)	DIN EN ISO 11885 (E 22)
282	ICP-OES	ICP-OES

Participant	method for nickel
5	ICP
6	
19	ICP-OES
33	EN ISO 17294-2
38	ICP-MS
57	ICP-OES
59	Flammen-AAS
70	ICP-OES
71	ICP-OES

Ringversuch metals 2011

Participant	method for nickel
82	ICP-OES
89	ICP-OES
91	ICP-OES
95	ICP/MS, in Anlehnung an DIN EN ISO 17294-2
105	ICP - OES
110	ICP
111	ICP-MS
112	AES mittels ICP-OES
129	AAS/Flamme
132	ICP
150	AAS-Graphitrohr BGN AA 7.1.2 Nr. 23 Additionsmethode
151	ICP
177	ICP-OES
197	ICP-MS
231	ICP-OES
255	Graphitrohr-AAS
272	DIN EN ISO 11885 (E 22)
282	ICP-OES