

Summary of laboratory means

Unit	nickel Z score		iron Z score		cobalt Z score		cadmium Z score		tin Z score		antimony Z score	
	%		%		%		%		%		%	
5	0,0103	0,91	3,9567	0,07	0,0020	-0,16	0,0890	0,21	0,0873	-0,54	0,3587	-0,08
6	0,0101	0,69	3,9307	0,01	0,0023	1,29	0,0980	1,24	0,0939	0,17	0,3959	0,95
26	0,0103	0,98	4,1333	0,52	0,0025	2,00	0,0883	0,13	0,1533	6,62 FE	0,4200	1,62
33	0,0092	-0,23	4,2100	0,72	0,0019	-0,81	0,0860	-0,14	0,0885	-0,41	0,3575	-0,11
38	0,0090	-0,44	3,7780	-0,38	0,0020	-0,32	0,0840	-0,37	0,0877	-0,50	0,3563	-0,14
40	0,0087	-0,79	3,4967	-1,10	0,0018	-1,29	0,0789	-0,95	0,0724	-2,15 E	0,3063	-1,53
57	0,0085	-0,97	3,7620	-0,42	0,0021	0,16	0,0843	-0,33	0,1316	4,26 FE	0,5335	4,76 FE
68	0,0086	-0,89	3,8147	-0,29	0,0018	-1,42	0,0837	-0,40	0,0510	-4,47 FE	0,2020	-4,41 FE
70	0,0086	-0,90	3,6994	-0,58	0,0021	0,16	0,0833	-0,45	0,0914	-0,10	0,3494	-0,34
71	0,0097	0,30	3,8625	-0,17	0,0031	5,00 BE	0,0877	0,05	0,0995	0,78	0,3800	0,51
73	0,0093	-0,16	3,8267	-0,26	0,0020	-0,32	0,0889	0,20	0,1310	4,20 CE	0,4687	2,96 E
74	0,0100	0,62	3,9133	-0,04	0,0022	0,40	0,0913	0,48	0,0973	0,55	0,4300	1,89
82	0,0097	0,36	3,8193	-0,28	0,0021	0,37	0,0845	-0,31	0,0877	-0,50	0,3581	-0,09
84	0,0096	0,20	3,7700	-0,40	0,0019	-0,81	0,0850	-0,25	0,1020	1,05	0,4190	1,59
91	0,0080	-1,50	3,5000	-1,09	0,0020	-0,32	0,0850	-0,25	0,0900	-0,25	0,3700	0,23
105	0,0091	-0,37	3,8300	-0,25	0,0022	0,48	0,0850	-0,25	0,0910	-0,14	0,3677	0,17
111	0,0087	-0,76	3,6667	-0,67	0,0019	-0,81	0,0854	-0,20	0,0717	-2,23 E	0,2700	-2,53 E
112	0,0088	-0,65	3,8710	-0,15	0,0020	-0,32	0,0903	0,36	0,0884	-0,42	0,3500	-0,32
116	0,0072	-2,40 E	4,5320	1,54	0,0019	-0,56	0,0806	-0,75	0,1155	2,52 E	0,3245	-1,02
126	0,0088	-0,62	3,9180	-0,03	0,0019	-0,64	0,0898	0,30	0,1450	5,71 FE	0,6067	6,78 CE
129	0,0094	-0,05	4,0602	0,34	0,0020	-0,32	0,0911	0,45			0,2570	-2,89 E
132	0,0107	1,33	4,0147	0,22	0,0020	-0,32	0,0903	0,36	0,0967	0,48	0,3487	-0,36
138	0,0120	2,75 E	3,9900	0,16	0,0022	0,65	0,0830	-0,48	0,1000	0,84	0,4300	1,89
177	0,0107	1,33	4,6633	1,87	0,0025	1,94	0,0993	1,39	0,1240	3,44 E	0,5015	3,87 FE
188	0,0109	1,54	4,0213	0,24			0,0908	0,42			0,3647	0,09
195	0,0040	-5,75 BE	1,4500	-6,31 BE	0,0010	-5,16 BE	0,0350	-5,99 BE	0,0470	-4,91 FE	0,1640	-5,46 FE
217	0,0110	1,68	4,3500	1,07	0,0023	1,13	0,0970	1,13	0,1880	10,37 BE	0,5840	6,15 FE

	nickel Z score		iron Z score		cobalt Z score		cadmium Z score		tin Z score		antimony Z score	
218	0,0097	0,31	3,0850	-2,15 E	0,0018	-1,10	0,0770	-1,16	0,0876	-0,51	0,3016	-1,66
224	0,0095	0,09	3,6753	-0,64	0,0023	1,28	0,0764	-1,23	0,0958	0,39	0,3260	-0,98
231	0,0089	-0,55	4,6650	1,88	0,0022	0,65	0,0895	0,27	0,0830	-1,01	0,3525	-0,25
243	0,0097	0,34	3,9700	0,11	0,0022	0,48	0,0903	0,35	0,1106	1,98	0,3950	0,92
245	0,0098	0,44	4,0433	0,29	0,0019	-0,76	0,0869	-0,03	0,0864	-0,64	0,3380	-0,65
263	0,0083	-1,22	3,7767	-0,39	0,0018	-1,13	0,0856	-0,18	0,1495	6,20 CE	0,4045	1,19
282	0,0091	-0,37	3,7900	-0,35	0,0021	0,32	0,0851	-0,24	0,0900	-0,25	0,3773	0,44
-	-	--	-	--	-	--	-	--	-	--	-	--
Method	ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2		ISO 5725-2	
Assessment	Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00		Z <=2,00	
Mean	0,0094		3,9282		0,0021		0,0872		0,0923		0,3616	
Reproducibility s.d.	0,0010		0,2893		0,0002		0,0055		0,0121		0,0500	
Rel. reproducibility s.d.	10,23 %		7,36 %		9,76 %		6,31 %		13,12 %		13,84 %	
Reference value	0,0100		4,0650		0,0018		0,0892		0,1201		0,3760	
Target s.d.	0,0009		0,3928		0,0002		0,0087		0,0092		0,0362	
Rel. target s.d.	10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %		10,00 %	
Lower limit of tolerance	0,0075		3,1425		0,0017		0,0697		0,0740		0,2890	
Upper limit of tolerance	0,0113		4,7138		0,0025		0,1046		0,1110		0,4340	
No. of laboratories that submitted results	34		34		33		34		32		34	
Type B outliers	1		1		2		1		1		0	
Type C outliers	0		0		0		0		2		1	
Type F outliers	0		0		0		0		5		5	
No. of laboratories after elimination of outliers type A-D and F (without laboratories that only gave states but no measured values)	33		33		31		33		24		28	
Explanation of outlier types												
A: Single outlier	Grubbs											
B: Differing laboratory mean	Grubbs											
C: Excessive laboratory s.d.	Cochran											

nickel Z score

iron Z score

cobalt Z score

cadmium Z score

tin Z score

antimony Z score

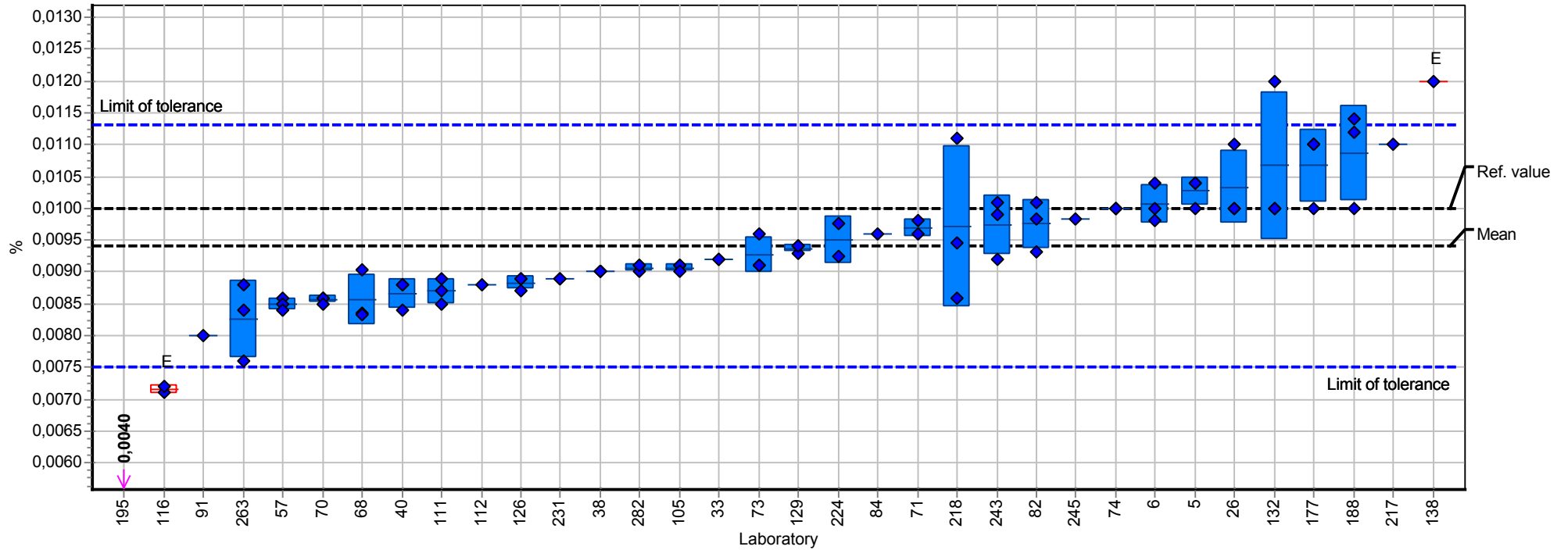
D: Excluded manually

E: score outside tolerance limits

F: |Score|>3,5

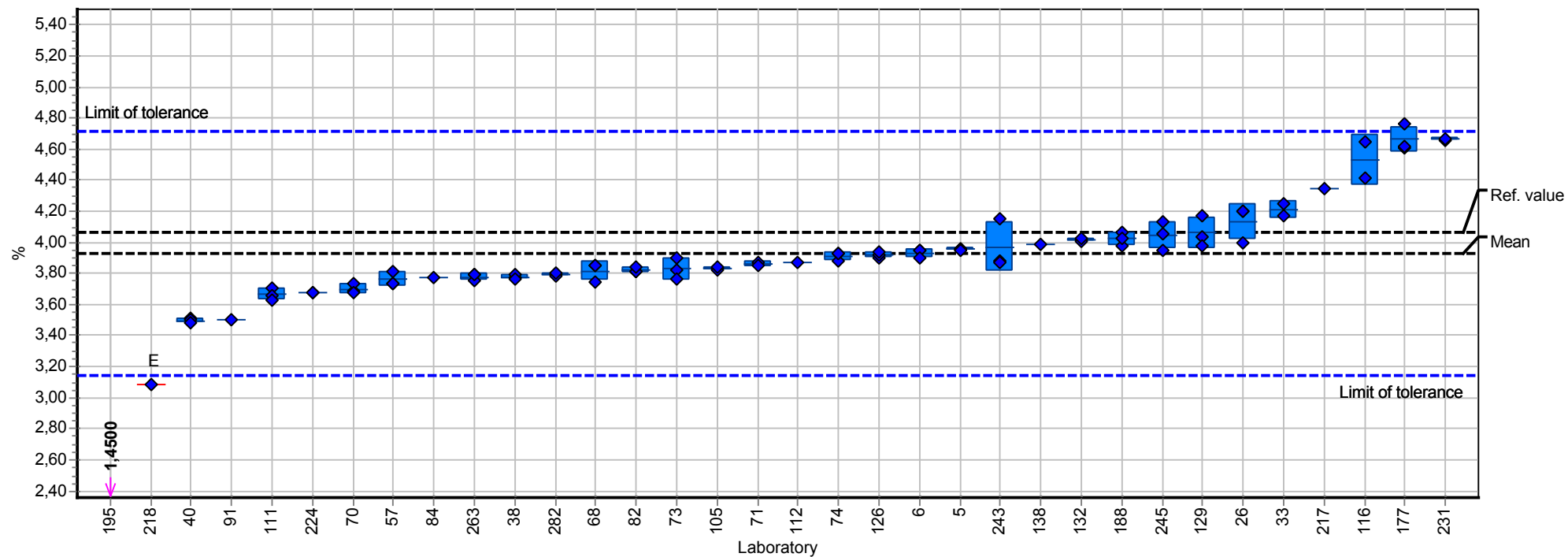
Summary results

Measurand:	nickel	Mean:	0,0094 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,0010 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	10,23%
No. of laboratories:	33	Reference value:	0,0100 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	0,0075 - 0,0113 % ($ Z\text{-Score} \leq 2,00$)



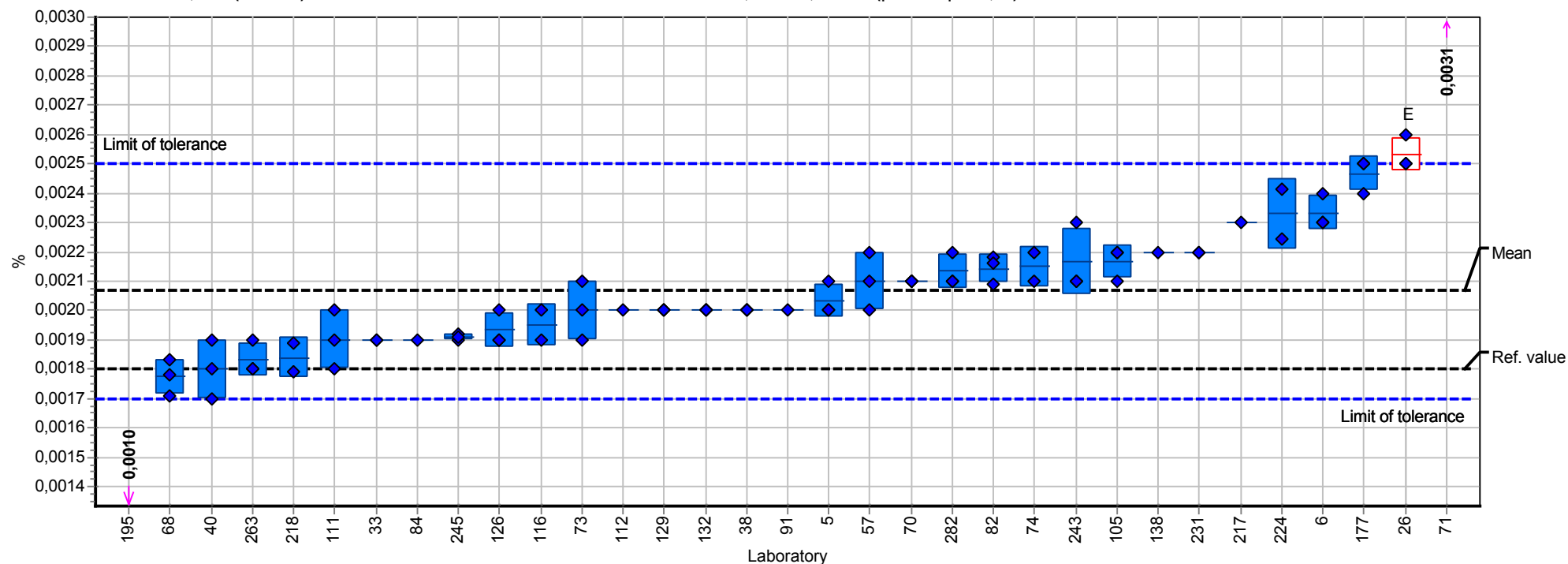
Summary results

Measurand:	iron	Mean:	3,9282 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,2893 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	7,36%
No. of laboratories:	33	Reference value:	4,0650 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	3,1425 - 4,7138 % (Z-Score <= 2,00)



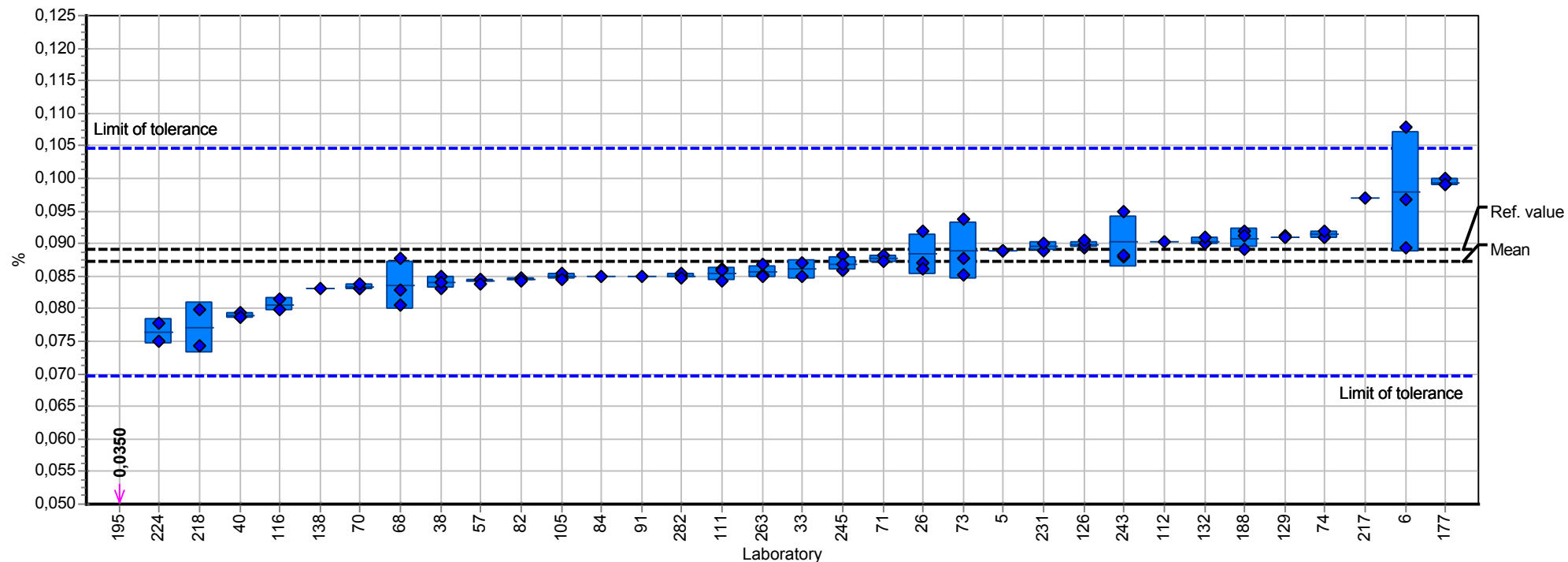
Summary results

Measurand:	cobalt	Mean:	0,0021 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,0002 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	9,76%
No. of laboratories:	31	Reference value:	0,0018 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	0,0017 - 0,0025 % ($ Z\text{-Score} \leq 2,00$)



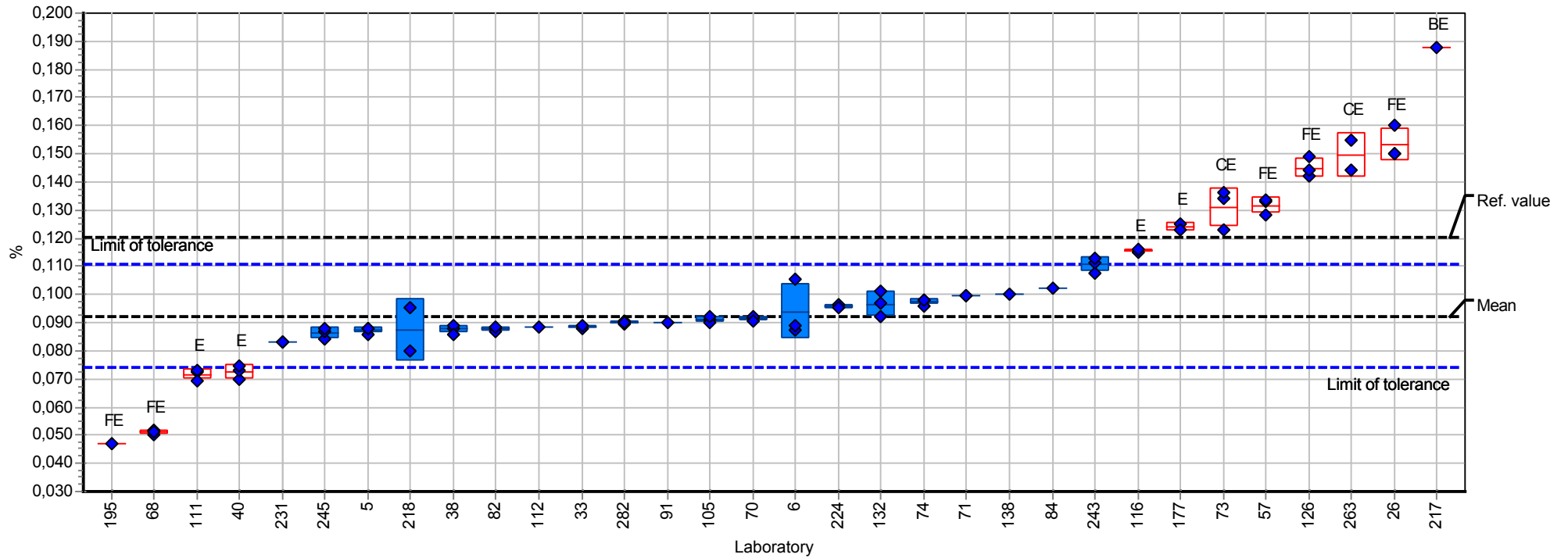
Summary results

Measurand:	cadmium	Mean:	0,0872 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,0055 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	6,31%
No. of laboratories:	33	Reference value:	0,0892 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	0,0697 - 0,1046 % ($ Z\text{-Score} \leq 2,00$)



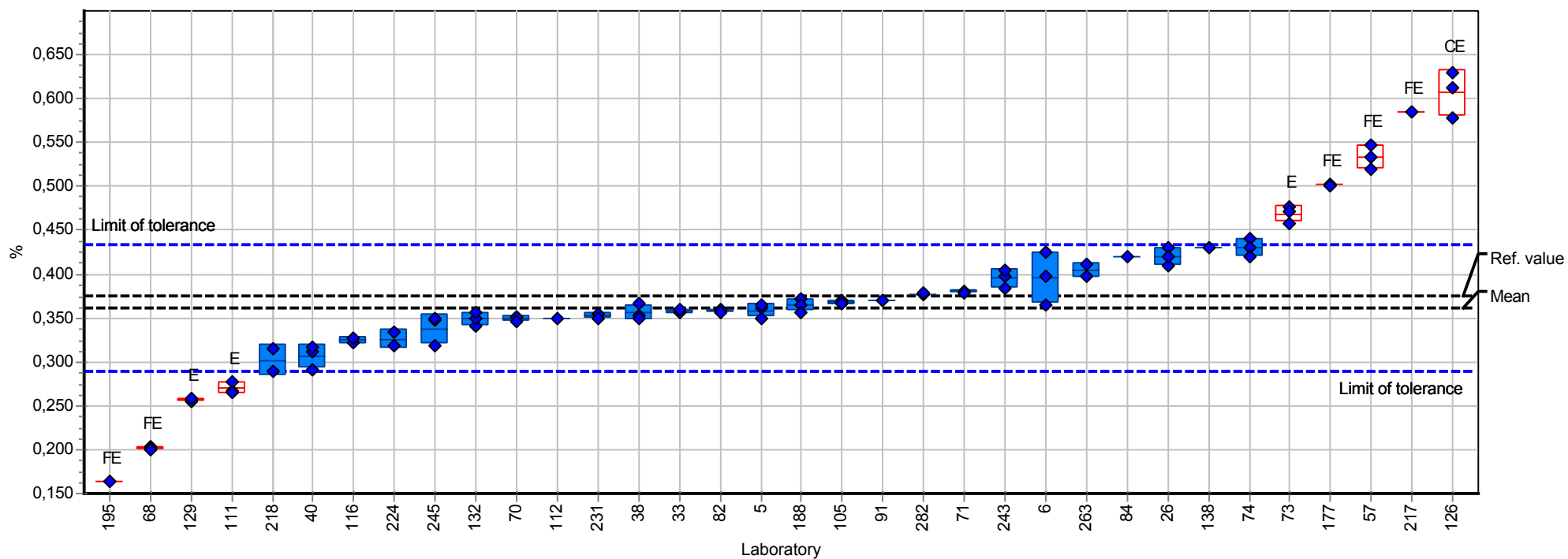
Summary results

Measurand:	tin	Mean:	0,0923 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,0121 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	13,12%
No. of laboratories:	24	Reference value:	0,1201 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	0,0740 - 0,1110 % (Z-Score <= 2,00)



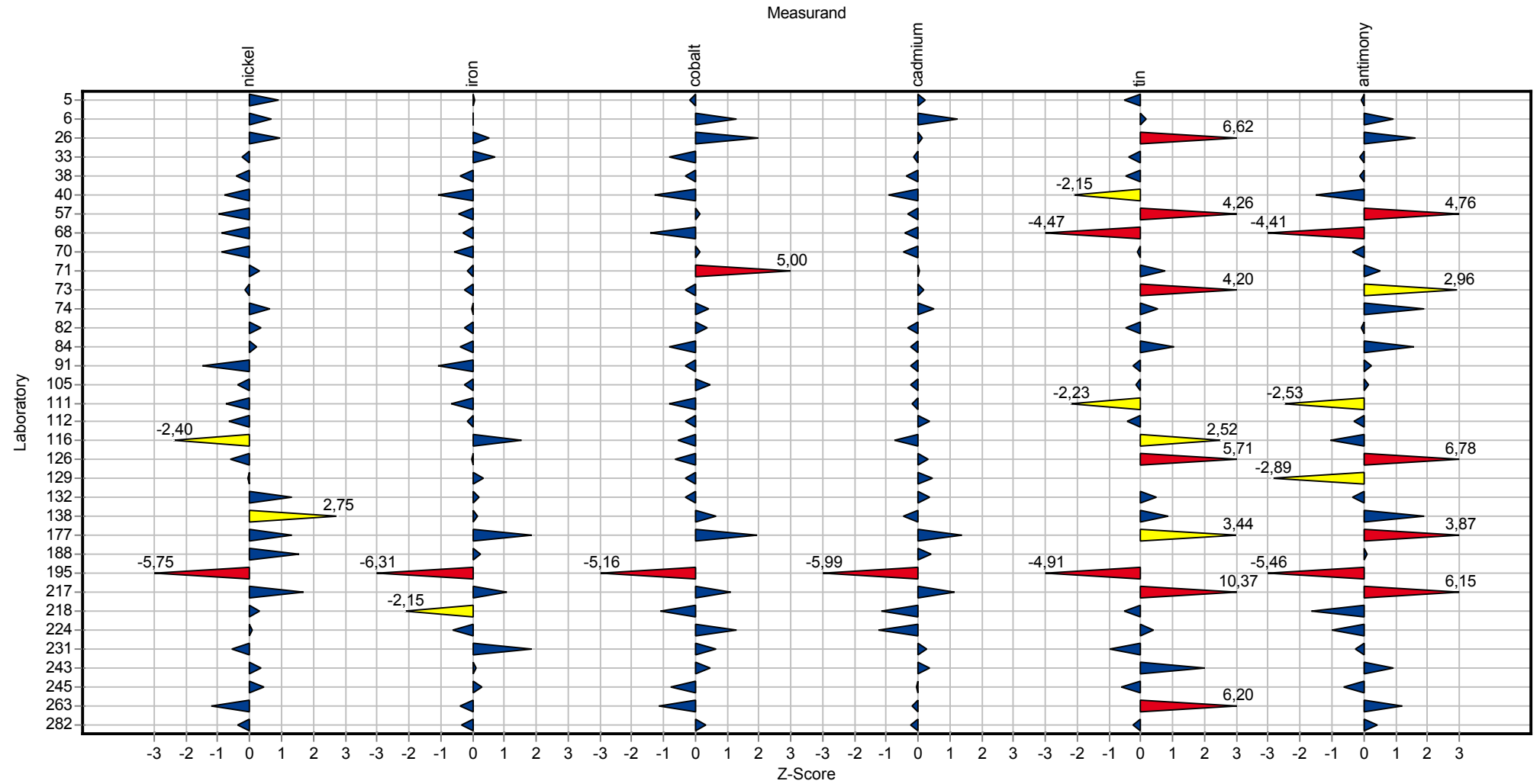
Summary results

Measurand:	antimony	Mean:	0,3616 %
Sample:	1	Reproducibility s.d.:	0,0500 %
Method:	ISO 5725-2	Relative reproducibility s.d.:	13,84%
No. of laboratories:	28	Reference value:	0,3760 %
Relative target s.d.:	10,00% (Limited)	Range of tolerance:	0,2890 - 0,4340 % ($ Z\text{-Score} \leq 2,00$)



Sample chart of Z-Scores

Sample 1



Questions and Answers

Participant	pulping method	Säurekonzentration
5	IFA-Methode 6015	65% HNO ₃ , 30% HCl
6	IFA-Arbeitsmappe, Blatt 6015	HNO ₃ 65% HCL 25%
26	nach IFA Arbeitsmappe Blatt 6015	HNO ₃ 65% HCL 25%
33	IFA-Arbeitsmappe Blatt 6015	HCl 25%; HNO ₃ 65%
38	IFA-Arbeitsmappe, Blatt 6015	HNO ₃ 69%, HCl 30%
40	IFA-Arbeitsmappe, Blatt 6015	HCl 25%ig, HNO ₃ 65%ig
57	IFA-Arbeitsmappe	HNO ₃ 65 %, HCl 25 %
68	IFA-Arbeitsmappe	HNO ₃ 65% + HCL 37%
70	Königswasseraufschluss	65%ige Salpetersäure, 30%ige Salzsäure
71	gemäß BIA	30% HCL ; 65% HNO ₃
73	IFA Arbeitsmappe, Blatt 6015 (Königswasseraufschluss, wie gewünscht	HNO ₃ : 65 %, HCl: 30%
74	Unter Rückfluss kochen	26 ml Salpetersäure 65% / 13 ml Salzsäure 25%
82	Standardaufschluss nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	Salpetersäure 65%, Salzsäure 30%
84	IFA-Arbeitsmappe Blatt 6015	HNO ₃ 65%, HCl 25%
91	Mikrowellendruckaufschluss mit HNO ₃ /HCl	HNO ₃ : 65%; HCl: 30%
105	IFA-Arbeitsmappe, Blatt 6015	HNO ₃ (65%ig), HCl (25%ig)
111	IFA	HNO ₃ 65%, HCl 30%
112	Standardaufschluss nach IFA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	HNO ₃ 65% + HCl 25%
116	Standardaufschluss nsch IFA-Arbeitsmappe	HNO ₃ 65%, HCL 25%
126	IFA-Arbeitsmappe, Blatt 6015	w(HNO ₃)=65%, w(HCl)=25%
129	Nassaufschluß	65% HNO ₃ 30% HCL
132	Königswasser	HCl 25%, HNO ₃ 65%
138	BGIA- Arbeitsmappe, Blatt 6015	HNO ₃ 65 %, HCl 25 %
177	Standardaufschluss nach IFA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	HNO ₃ 65% (26mL), HCl 25% (13mL)
188	Säureaufschluss	wie Vorgabe
195	IFA-working folder, sheet 6015	HNO ₃ 69% and HCl 35%
217	microwave digestion	65 % HNO ₃ + 25% HCl
218	2 hours under reflux, standard digestion according IFA-working folder	c(HNO ₃)=65%; c(HCl)=25%
224	IFA sheet 6015	Nitric Acid: 69%; hydrochloric acid 37% (calculated back to 25% as in IFA 6015)
231	IFA Arbeitsmappe Blatt 6015	Salpetersäure 65 %; Salzsäure 25 %
243	Königswasseraufschluss nach IFA-Arbeitsmappe Blatt 6015	Salpetersäure 65%, Salzsäure 25%

Round-robin test Metals 2013

Participant	pulping method	Säurekonzentration
245	offener Aufschluss unter Rückfluss	HNO ₃ : 65%; HCl: 25%
263	Standardaufschluss nach IFA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	Salpetersäure 65 %, Salzsäure 25 %
282	Standardaufschluss nach BGIA-Arbeitsmappe (Blatt 6015)	HNO ₃ 65 %, HCl 25 %

Participant	mixing ratio	dust weight	time of pulping
5	1:3 (HCl : HNO ₃)	100	2
6	2:1	100 mg	2
26	HNO ₃ 65% : HCL 25% = 2 : 1 Volumenteile	~100 mg	2 h Rückfluss
33	1 Teil HCl+2 Teile HNO ₃	110mg	2 Stunden
38	2:1	100 mg	2 h
40	26 ml HNO ₃ + 13 ml HCl	ca. 100 mg	2 Stunden
57	2 : 1	100	2
68	2:1	ca. 130 mg	2 Std.
70	25 ml Salpetersäure : 10 ml Salzsäure	ca. genau 100 mg	2 h
71	26 mL HNO ₃ und 13 mL HCL	100,4	2h
73	26 ml HNO ₃ / 11 ml HCl	ca. 100 mg	2 h
74		ca. 100 mg	2 Stunden
82	26mL HNO ₃ + 11mL HCl	96 - 108 mg	2 Stunden
84	26 mL HNO ₃ + 13 mL HCl	50-200 mg	2h
91	1,25mL HNO ₃ , 3,75mL HCl	207,6mg	0,5h
105	2 +1	100 mg	2h
111	2,6:1	100 mg	2h
112	26ml HNO ₃ + 13ml HCL	100mg	2 Stunden
116	2:1	ca. 50mg	2h
126	26 mL HNO ₃ , 13 mL HCl	jeweils 100 mg (+/-5 mg)	2 Stunden
129	2 Teile HNO ₃ + 1Teil HCL	480,8 mg	2h
132	13mL HCl, 26mL HNO ₃	100mg	2h
138	2 Teile HNO ₃ , 1 Teil HCl	ca. 100 mg	
177	2:1 (HNO ₃ : HCl)	101,7 mg 100,2 mg 100,2 mg	2 h unter Rückfluss
188	wie Vorgabe	100 mg	2 Std.
195	HNO ₃ : HCl (67:33)	100 mg	2 hours
217	26 mL 65% HNO ₃ : 13 mL 25% HCl	10 mg	1 h
218	2:1	100 mg	2 hours
224	26mL Nitric acid, 8.8 mL hydrochloric acid, 4.2mL water	ca. 100 mg	2h

Round-robin test Metals 2013

Participant	mixing ratio	dust weight	time of pulping
231	2:1	ca. 100 mg	2 Stunden unter Rückfluss
243	26 ml Salpetersäure / 13 ml Salzsäure	0,10g	2h
245	26 ml HNO3 / 13 ml HCl	ca. 100 mg	2 h
263	2:1	100 mg	2 Stunden
282	2:1	100 +/- 1 mg	2 h

Participant	reagent volume	pressure pulping	equipment
5	100	Nein	offen
6	100	nein	offen, mit Rückfluß
26	26 ml HNO3 und 13 ml HCL	nein	Behr
33	13 ml HCl, 26 ml HNO3 auf 100ml aufgefüllt	nein	offen
38	39 ml	nein	geschlossener KöWa-Aufschluss unter Rückfluss
40	39 ml	Nein	offen, unter Rückfluss
57	100	Nein	offen
68	50 ml	Nein	geschlossen
70	100 ml	nein	offene Rückflussapparatur aus Glas
71	100 mL	nein	offen
73	100 ml	nein (war nicht gewünscht)	offen (Rückflusskühler)
74	26 ml HNO3 / 13 ml HCl	NEIN	Rückflusdestille
82	100 mL	nein	offener Aufschluss mit Rückflusskühler
84	auf 100 mL	Nein	geschlossen unter Rückfluß
91	50mL	ja	geschlossen
105	40 ml	nein	offen, Rückfluß
111	40 ml	nein	Rückfluss
112	100ml Aufschlussgemisch	nein	Rückflusskühler
116	13ml HNO3+6,5 ml HCl	nein	Digi-Prep
126	100 mL	Nein	offene Rückflussapparatur
129	39 ml Säure	Nein	
132	13mL HCl, 26mL HNO3	Nein	Rundkolben, Rückfußkühler, Heizpilz
138		nein	offen, PTFE
177	100 mL	Nein	offener Aufschluss mit Rückfluss
188	wie Vorgabe	nein	Varian 220 FS, 880 Z
195	39 mL	Open PTFE vessel	ICP-OES
217	5 mL	90 bar	high pressure microwave digestion system

Round-robin test Metals 2013

Participant	reagent volume	pressure pulping	equipment
218	39 mL (26 mL HNO ₃ + 13 mL HCl)	no	closed
224	100 mL	No	Open
231	50 ml	nein	offen
243	39ml	-	Rückflussskühler mit Absorptionsaufsatz
245	100 ml	--	--
263	26 ml HNO ₃ und 13 ml HCl	nein	Rückflussskühler
282	100 mL	nein	offen (Rückfluss)

Participant	method for nickel	method for iron
5	ICP-OES	ICP-OES
6	ICP/OES, ICP/MS	ICP/OES
26	ICP-OES nach DIN 11885	ICP-OES nach DIN 11885
33	DIN EN ISO 17294-2	DIN EN ISO 11885
38	ICP-MS	ICP-MS
40	ICP-MS	ICP-OES
57	ICP-OES	ICP-OES
68	ICP-OES	ICP-OES
70	ICP-OES	ICP-OES
71	ICP-OES	ICP-OES
73	ICP-OES (mit int Std.)	ICP-OES (mit int Std.)
74	ICP-OES	ICP-OES
82	ICP-OES	ICP-OES
84	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2
91	ICP-MS	ICP-MS
105	ICP-OES	ICP-OES
111	ICP/MS	ICP/MS
112	ICP-OES	ICP-OES
116	DIN EN 11885	DIN EN 11885
126	ICP-OES	ICP-OES
129	AAS Flamme	AAS Flamme
132	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen
138	AAS	AAS
177	ICP-OES	ICP-OES
188	AAS-Graphitrohr (Standardadd.)	AAS-Flamme

Round-robin test Metals 2013

Participant	method for nickel	method for iron
195	ICP-OES wavelength 231.604 nm	ICP-OES wavelength 238.204 nm
217	ICP-MS	ICP-MS
218	AAS/graphite furnace - standard addition	ICP - OES
224	ICP-OES	ICP-OES
231	ICP-OES	ICP-OES
243	ICP-OES	ICP-OES
245	ICP-MS	
263	ICP-OES	ICP-OES
282	ICP-OES	ICP-OES

Participant	method for cobalt	method for cadmium
5	ICP-OES	ICP-OES
6	ICP/OES, ICP/MS	ICP/OES, ICP/MS
26	ICP-OES nach DIN 11885	ICP-OES nach DIN 11885
33	DIN EN ISO 17294-2	DIN EN ISO 17294-2
38	ICP-MS	ICP-MS
40	ICP-MS	ICP-MS
57	ICP-OES	ICP-OES
68	ICP-OES	ICP-OES
70	ICP-OES	ICP-OES
71	ICP-OES	ICP-OES
73	ICP-OES (mit int Std.)	ICP-OES (mit int Std.)
74	ICP-OES/ G-AAS	ICP-OES
82	ICP-OES	ICP-OES
84	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2
91	ICP-MS	ICP-MS
105	ICP-OES	ICP-OES
111	ICP/MS	ICP/MS
112	ICP-OES	ICP-OES
116	DIN EN 11885	DIN EN 11885
126	ICP-OES	ICP-OES
129	AAS Flamme	AAS Flamme
132	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen
138	AAS	AAS

Round-robin test Metals 2013

Participant	method for cobalt	method for cadmium
177	ICP-OES	ICP-OES
188		AAS-Flamme
195	ICP-OES wavelength 230.786 nm	ICP-OES wavelength 214.440 nm
217	ICP-MS	ICP-MS
218	ICP - OES	AAS/flame
224	ICP-OES	ICP-OES
231	ICP-OES	ICP-OES
243	ICP-OES	ICP-OES
245	ICP-MS	ICP-MS
263	ICP-OES	ICP-OES
282	ICP-OES	ICP-OES

Participant	method for tin	method for antimony
5	ICP-OES	ICP-OES
6	ICP/MS	ICP/MS
26	ICP-OES nach DIN 11885	ICP-OES nach Din 11885
33	DIN EN ISO 17294-2	DIN EN ISO 17294-2
38	ICP-MS	ICP-MS
40	ICP-MS	ICP-MS
57	ICP-OES	ICP-OES
68	ICP-OES	ICP-OES
70	ICP-OES	ICP-OES
71	ICP-OES	ICP-OES
73	ICP-OES (mit int Std.)	ICP-OES (mit int Std.)
74	ICP-OES	ICP-OES
82		ICP-OES
84	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2	ICP-MS, DIN EN ISO 17294-2
91	ICP-MS	ICP-MS
105	ICP-OES	ICP-OES
111	ICP/MS	ICP/MS
112	ICP-OES	ICP-OES
116	DIN EN 11885	DIN EN 11885
126	ICP-OES	ICP-OES
129		AAS Flamme

Round-robin test Metals 2013

Participant	method for tin	method for antimony
132	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen	ICP-OES, Matrixangepasste Stds, Messung bei versch. Wellenlängen
138	AAS	AAS
177	ICP-OES	ICP-OES
188		AAS-Hybrid
195	ICP-OES wavelength 334.940 nm	ICP-OES wavelength 189.927 nm
217	ICP-MS	ICP-MS
218	ICP - OES	ICP - OES
224	ICP-OES	ICP-OES
231	ICP-OES	ICP-OES
243	ICP-OES	ICP-OES
245	ICP-MS	ICP-MS
263	ICP-OES	ICP-OES
282	ICP-OES	ICP-OES