

HUK Umweltlabor - SiC 10 - Siliciumcarbid-haltiger Werkstoff

Veranstalter: HUK Umweltlabor GmbH, Division Horn & Co Analytics, Wenden-Hünsborn

Ringversuchsmaterial: SiC 10, (Siliciumcarbid-haltiger Werkstoff)

RV geschlossen: 2014 – 9

Literatur: Report - Bericht: SiC-Laborvergleichsmessung 2014 (CRB Laborcode = E)

Hauptelemente [MA%]

	CRB	RV	1sRV	Z-Score
Na ₂ O	< 0,07	0,101	0,066	---
MgO	1,55	1,576	0,213	-0,1
Al ₂ O ₃	71,47	71,23	0,855	0,2
Cr ₂ O ₃	0,117	0,109	0,016	0,4
P ₂ O ₅	0,037	0,026	0,010	0,9
K ₂ O	0,165	0,177	0,020	-0,5
CaO	1,42	1,376	0,076	0,4
TiO ₂	1,353	1,270	0,175	0,4
Fe ₂ O ₃ tot	1,30	1,412	0,14	-0,7
LOI	1,19	1,34	0,25	-0,5
C-frei	0,90	1,06	0,227	-0,6
C-gesamt	2,83	2,31	0,070	6,5
Si-gesamt	11,63	11,72	0,51	-0,2
SiC	6,40	3,87	0,722	2,9
SiO ₂	15,26	14,76	0,503	0,3

Spurenelemente [µg/g]

	CRB	RV	1sRV	Z-Score
Mn ₂ O ₃	0,057	0,049	0,018	0,4
ZrO ₂	0,107	0,099	0,016	0,4

Legende

CRB: Ergebnisse CRB – **RV:** Ergebnisse Ringversuch -- **1s-RV:** Standardabweichung Ringversuch

Z-Score: Differenz des Messwertes vom Mittelwert des Ringversuchs -- * Wert nicht zertifiziert

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

An die Laborteilnehmer der
SiC Laborvergleichsmessung HuK 2014

Wenden-Hünsborn, 09.09.2014

Sehr geehrte Damen und Herren,

die erste SiC-Laborvergleichsmessung der HuK Umweltlabor GmbH liegt hinter uns und zuerst möchte ich mich bei allen Beteiligten für die Teilnahme und bereits während der Auswertung geführten Diskussion bedanken. Über die hervorragende Resonanz von 10 Teilnehmern (Zur Information: Labor **D** hat keine Daten abgegeben, so dass es in der Auswertung fehlt und diese somit auch nicht erhält) waren wir doch positiv überrascht.

Mein besonderer Dank gilt ausdrücklich Herrn Dr. Schramm von der Firma Fluxana, der sich bereit erklärt hat die Auswertung (in anonymisierter Form) mit einem professionellen Programm durchzuführen. Im Zuge der heutigen QM-Vorgaben der DAkKS (Stichworte: Eignungsprüfungspolitik; Messunsicherheiten; usw.) profitieren wir alle von dieser entsprechenden Auswertung.

Die Auswertung liegt diesem Anschreiben bei. Ihr Laborcode ist Ihnen im Zuge der Probenübermittlung mitgeteilt worden, so dass Sie hierüber ihre individuelle Auswertung identifizieren können.

Im Hinblick auf die entsprechende Methodenvielfalt sowie der Tatsache dass Siliciumcarbid keine einfache Untersuchungsmatrix darstellt sind die ausgewerteten Daten als sehr gut zu bezeichnen.

Sie erhalten mit diesem Anschreiben (*Dokument 01_*) folgende Unterlagen:

- Aufstellung der teilgenommenen Labore (in alphabetischer Reihenfolge, welche nicht der Reihenfolge der Teilnehmercodes entspricht) (*Dokument 02_*)
- Aufstellung der verwendeten Methoden der Labore (*Dokument 03_*)
- Zusätzliche Informationen bzw. Messdaten zu den untersuchten Proben (*Dokument 04_*)
- Statistische Beschreibung und Auswertung incl. z-scores (*Dokumente 05_ bis 08_*)
- Einladung zur Ergebnisdiskussion (*Dokument 09_*)
- Teilnahmebescheinigung (erfolgt durch individuelle mails)

Auch wir haben bereits während der Planung und Auswertung Erkenntnisse und Verbesserungsmöglichkeiten entdeckt, die in einer zukünftigen Laborvergleichsmessung sicherlich berücksichtigt werden. Es würde mich freuen wenn Sie an der zweiten Laborvergleichsmessung SiC (wahrscheinlich in 2016) erneut teilnehmen würden.

Vielen Dank


Dr. Lars Füchtjohann

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

Teilnehmerverzeichnis der SiC Laborvergleichsmessung HuK 2014

AMCO united samplers and assayers GmbH
Duisburg

CRB Analyse Service GmbH
Hardegsen

DIFK GmbH
Höhr-Grenzhausen

Dorfner Analysenzentrum und Anlagenplanungsgesellschaft mbH
Hitschau

ESD-SIC BV
Delfzijl (Niederlande)

ESK-SIC GmbH
Frechen

Fluxana GmbH & Co. KG
Bedburg-Hau

HuK Umweltlabor GmbH
Wenden

Refratechnik Cement GmbH
Göttingen

ThyssenKrupp Steel Europe AG
Duisburg

Methodenverzeichnis der SiC Laborvergleichsmessung HuK 2014

Im Rahmen der durchgeführten Laborvergleichsmessung war die Bestimmung der zu untersuchenden Parameter hinsichtlich der anzuwendenden Methoden freigestellt. Es sollte hierbei die klassische im Labor verwendete Routinemethode eingesetzt werden. Die einzige Rahmenvorgabe lag bei der Normkonformen Bestimmung von C_{frei} bei 750°C und der sich hieraus ergebenden Berechnung von SiC vor.

Im Folgenden sind in alphabetischer Reihenfolge der jeweiligen Laborcodes (A-K; Code „D“ wurde vergeben, jedoch gab das Labor keine Daten ab) die jeweiligen Methodeninformationen aufgeführt. Diese werden abschließend noch einmal zusammengefasst.

LABOR „A“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2	n.a.	1,0 g	Glühen bis zur Massenkonstanz
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 15350	0,01	0,25 g	IR-Detektion nach Verbrennung
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2	0,1	1,0 g	Berechnung nach Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs
Schwefel, gesamt	DIN EN ISO 15350	0,01	0,25 g	IR-Detektion nach Verbrennung
Silicium, frei		0,02	0,2 g	Probe + 10 ml NaOH, Ultraschallbad verschlossen 135°C, Abkühlen, GC-Messung auf Wasserstoff
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2	0,3	1 g	Glühen bei 750°C bis zur Massenkonstanz, Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs, Berechnung von SiC
Silicium, gesamt	DIN EN ISO 21068-3 DIN EN ISO 12677	n.a. 0,03	0,2 g	Oxidation des SiC, Schmelztablettenherstellung direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Aluminiumoxid	DIN EN ISO 21068-3 DIN EN ISO 12677	0,1 0,1	0,2 g	Oxidation des SiC, Schmelztablettenherstellung direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Calciumoxid	DIN EN ISO 12677	0,03	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Chrom(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,03	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Eisen(III)-oxid	DIN EN ISO 21068-3 DIN EN ISO 12677	0,1 0,03	0,2 g	Oxidation des SiC, Schmelztablettenherstellung direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Kaliumoxid	DIN EN ISO 11885	0,02	0,01 g	Aufschluss mit Lithium-meta/tetraborat, Lösen in verd. Salpetersäure, ICP-OES
Magnesiumoxid	DIN EN ISO 12677	0,1	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Mangan(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Natriumoxid	DIN EN ISO 11885	0,02	0,01 g	Aufschluss mit Lithium-meta/tetraborat, Lösen in verd. Salpetersäure, ICP-OES
Phosphor(V)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,02	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Schwefel(VI)-oxid				
Silicium(IV)-oxid				
Titan(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,03	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10
Zirkonium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,2 g	direkte Herstellung der Schmelztablette bei Probe SiC 10

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

LABOR „B“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	ISO 21068-2		1,0g	1 gram in muffle furnace for 1,5 hour.
Kohlenstoff, gesamt	ISO 21068-2		0,050g	50 mg sample + accelerators iron chips and Lecocell II
Kohlenstoff, frei	ISO 21068-2		0,050g	Only indirect detection method!
Schwefel, gesamt			0,050g	Induction furnace combustion with IR determination (LECO)
Silicium, frei	ISO 21068-2		2,5g	Sample+ 25 ml NaOH, gasvolumetric method
Siliciumcarbid	ISO 21068-2		0,050g	Calculation ISO 21068-2 (7.2.2)

LABOR „C“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2		ca. 2g	Bestimmung nach der DIN-Norm
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 21068-2			
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2			
Schwefel, gesamt	DIN EN 15350		ca. 100 mg	
Silicium, frei	DIN EN ISO 21068-2		ca. 150 mg	
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2			
Silicium, gesamt	HfdE, Band 2, Teil 1		ca. 280 mg	
Aluminiumoxid	DIN EN 11885		0,5 g	0,5g Probe mit HF, HNO ₃ und H ₂ SO ₄ in Platinschale lösen,
Calciumoxid	DIN EN 11885		0,5 g	abrauchen, aufschließen und lösen mit HCl.
Chrom(III)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	Messen mit ICP.
Eisen(III)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Kaliumoxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Magnesiumoxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Mangan(III)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Natriumoxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Phosphor(V)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Schwefel(VI)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Silicium(IV)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Titan(IV)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	
Zirkonium(IV)-oxid	DIN EN 11885		0,5 g	

LABOR „E“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2	0,02	2 g	gravimetrisch
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 21068-2	0,02	0,2 g	IR-spektrometrisch
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2	0,02	0,1 g	IR-spektrometrisch
Schwefel, gesamt				
Silicium, frei				
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2	0,1		berechnet gem. DIN EN ISO 21068-2
Silicium, gesamt	DIN EN ISO 12677	0,2		berechnet aus Gesamt SiO ₂
Aluminiumoxid	DIN EN ISO 12677	0,1	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Calciumoxid	DIN EN ISO 12677	0,05	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Chrom(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,002	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Eisen(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,05	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Kaliumoxid	DIN EN ISO 12677	0,02	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Magnesiumoxid	DIN EN ISO 12677	0,07	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Mangan(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,003	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Natriumoxid	DIN EN ISO 12677	0,07	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Phosphor(V)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,005	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Schwefel(VI)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,07	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Silicium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,15	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios), ber.
Titan(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)
Zirkonium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,003	0,1 g	Probe + 3,6 g Li ₂ B ₄ O ₇ , wellenlängendisp. Spektrom. (Axios)

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH

Otto-Hahn-Straße 2
D-57482 Wenden-Hünsborn
Tel.: +49 (0) 27 62 / 97 40-0
Fax: +49 (0) 27 62 / 97 40-11
Web: www.huk-umweltlabor.de
E-Mail: info@huk-umweltlabor.de

Labor Wetzlar

Buderusstraße 25
D-35576 Wetzlar
Tel.: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-0
Fax: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-9

Ust.-ID-Nr.: DE 161 589 656
Amtsgericht Siegen · HRB 7085
Geschäftsführer:
Dr. William Kwarteng,
Dr. Lars Füchtjohann, Argjend Kameraj

Volksbank Siegerland eG
IBAN: DE55 4606 0040 0804 4067 01
BIC: GENODEM1SNS
Sparkasse Siegen
IBAN: DE60 4605 0001 0000 0502 37
BIC: WELADED1SIE

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

LABOR „F“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2		ca. 1g	negativer Wert bei Gewichtszunahme
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 21068-2		ca. 0,1g	Leco
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2			
Schwefel, gesamt	DIN EN ISO 14720-1		ca. 0,1 g	Leco
Silicium, frei	DIN EN ISO 21068-2		ca. 1-2 g	Kochen von Probe mit 40ml NaOH - Auswertung der H ₂ -Entwicklung
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2		0.1 g	aus Kohlenstoffbilanz
Silicium, gesamt	DIN EN ISO 21068-2		0.4g	aus SiO ₂ -Gesamt der Schmelztablette
Aluminiumoxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Calciumoxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Chrom(III)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Eisen(III)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Kaliumoxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Magnesiumoxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Mangan(III)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Natriumoxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Phosphor(V)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Schwefel(VI)-oxid	DIN EN ISO 12677		3.3g	Anlehnung an Norm - Messung als Pressling (3g Probe+0.3g Wachs)
Silicium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	aus Gesamt-SiO ₂ -Schmelztablette (0.4g)
Titan(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette
Zirkonium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677		0.4g	RFA-Schmelztablette

LABOR „G“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2	0,01	1,5 g	Glühen bei 750°C bis zur Massenkonstanz
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 21068-2	0,01	0,05g	Verbrennung / IR
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2	0,01	0,05g	Verbrennung / IR - Verbrennung bis 750°C
Schwefel, gesamt	DIN EN ISO 21068-2	0,01	0,05g	Verbrennung / IR
Silicium, frei	DIN EN ISO 21068-2	0,01	0,5g	NaOH-Extraktion, Bestimmung von Si mittels ICP-OES
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2	0,1		Berechnung aus C-Bilanz
Silicium, gesamt	DIN EN ISO 12677	0,2	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Aluminiumoxid	DIN EN ISO 12677	0,1	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Calciumoxid	DIN EN ISO 12677	0,03	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Chrom(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	5g	Pressling, RFA
Eisen(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,07	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Kaliumoxid	DIN EN ISO 12677	0,04	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Magnesiumoxid	DIN EN ISO 12677	0,46	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Mangan(III)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Natriumoxid	DIN EN ISO 12677	0,1	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Phosphor(V)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Schwefel(VI)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA
Silicium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677			
Titan(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,01	5g	Pressling, RFA
Zirkonium(IV)-oxid	DIN EN ISO 12677	0,1	0,2g	Schmelzaufschluß, RFA

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH

Otto-Hahn-Straße 2
D-57482 Wenden-Hünsborn
Tel.: +49 (0) 27 62 / 97 40-0
Fax: +49 (0) 27 62 / 97 40-11

Web: www.huk-umweltlabor.de
E-Mail: info@huk-umweltlabor.de

Labor Wetzlar

Buderusstraße 25
D-35576 Wetzlar
Tel.: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-0
Fax: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-9

Ust.-ID-Nr.: DE 161 589 656
Amtsgericht Siegen · HRB 7085
Geschäftsführer:
Dr. William Kwarteng,
Dr. Lars Füchtjohann, Argjend Kameraj

Volksbank Siegerland eG
IBAN: DE55 4606 0040 0804 4067 01
BIC: GENODEM1SNS
Sparkasse Siegen
IBAN: DE60 4605 0001 0000 0502 37
BIC: WELADED1SIE

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

LABOR „H“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2	0,01		
Kohlenstoff, gesamt	DIN EN ISO 21068-2	0,01		
Kohlenstoff, frei	DIN EN ISO 21068-2	0,01		
Schwefel, gesamt	DIN 51085	0,01		
Silicium, frei	DIN 13925	0,1		
Siliciumcarbid	DIN EN ISO 21068-2	0,1		
Silicium, gesamt	DIN 51001	0,1		
Aluminiumoxid	DIN 51001	0,01		
Calciumoxid	DIN 51001	0,01		
Chrom(III)-oxid	DIN 51001	0,01		
Eisen(III)-oxid	DIN 51001	0,01		
Kaliumoxid	DIN 51001	0,01		
Magnesiumoxid	DIN 51001	0,01		
Mangan(III)-oxid	DIN 51001	0,01		
Natriumoxid	DIN 51001	0,01		
Phosphor(V)-oxid	DIN 51001	0,01		
Schwefel(VI)-oxid	DIN 51001	0,01		
Silicium(IV)-oxid	berechnet			
Titan(IV)-oxid	DIN 51001	0,01		
Zirkonium(IV)-oxid	DIN 51001	0,01		

LABOR „I“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	DIN EN ISO 21068-2			
Kohlenstoff, gesamt	"			
Kohlenstoff, frei	"			
Schwefel, gesamt				
Silicium, frei	DIN EN ISO 21068-2			
Siliciumcarbid	"			
Silicium, gesamt				
Aluminiumoxid	Hausmethode		ca. 40mg	Druckaufschluß mit je 10ml HF, HNO3 und H2SO4, bis auf H2SO4 auf 100ml auffüllen und mit ICP-OES messen
Calciumoxid	"		"	
Chrom(III)-oxid				
Eisen(III)-oxid	"		"	"
Kaliumoxid				
Magnesiumoxid	"		"	"
Mangan(III)-oxid				
Natriumoxid				
Phosphor(V)-oxid				
Schwefel(VI)-oxid				
Silicium(IV)-oxid	DIN EN ISO 21068-2			
Titan(IV)-oxid	Hausmethode		"	"
Zirkonium(IV)-oxid				

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH

Otto-Hahn-Straße 2
D-57482 Wenden-Hünsborn
Tel.: +49 (0) 27 62 / 97 40-0
Fax: +49 (0) 27 62 / 97 40-11

Web: www.huk-umweltlabor.de
E-Mail: info@huk-umweltlabor.de

Labor Wetzlar

Buderusstraße 25
D-35576 Wetzlar
Tel.: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-0
Fax: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-9

USt.-ID-Nr.: DE 161 589 656
Amtsgericht Siegen · HRB 7085
Geschäftsführer:
Dr. William Kwarteng,
Dr. Lars Füchtjohann, Argjend Kameraj

Volksbank Siegerland eG
IBAN: DE55 4606 0040 0804 4067 01
BIC: GENODEM1SNS
Sparkasse Siegen
IBAN: DE60 4605 0001 0000 0502 37
BIC: WELADED1SIE

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

LABOR „J“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Silicium, gesamt	DIN 51418-2		0,2g	Probe unter Zugabe von Oxidationsmittel FX-OXY6 und Additiv FX-ADD3 im automatischen Schmelzgerät aufschmelzen und abgießen.
Aluminiumoxid	DIN 51418-2	0,1	0,2g	s.o.
Calciumoxid	DIN 51418-3	0,03	0,2g	s.o.
Chrom(III)-oxid				
Eisen(III)-oxid	DIN 51418-3	0,07	0,2g	s.o.
Kaliumoxid	DIN 51418-3	0,04	0,2g	s.o.
Magnesiumoxid	DIN 51418-3	0,46	0,2g	s.o.
Mangan(III)-oxid	DIN 51418-3	0,04	0,2g	s.o.
Natriumoxid	DIN 51418-3	0,13	0,2g	s.o.
Phosphor(V)-oxid	DIN 51418-3	0,06	0,2g	s.o.
Schwefel(VI)-oxid	DIN 51418-3	0,09	0,2g	s.o.
Silicium(IV)-oxid				
Titan(IV)-oxid				
Zirkonium(IV)-oxid	DIN 51418-3	0,2	0,2g	s.o.

LABOR „K“:

Parameter	Norm	BG [%]	typ. Einwaage	Methodenbeschreibung (incl. Angabe zur Probenvorbereitung)
Glühverlust (750°C)	Hausmethode 1			LECO Typ: RC 612 / definierte Aufheizung 400°C auf 800°C /
Kohlenstoff, gesamt	nicht bestimmt			
Kohlenstoff, frei	Hausmethode 1		0,250 g	LECO Typ: RC 612 / definierte Aufheizung 400°C auf 800°C / WC-Korrektur durch multiple Regression
Schwefel, gesamt	nicht bestimmt			
Silicium, frei	Hausmethode 2			Rietveld-Analyse
Siliciumcarbid	Hausmethode 3		10 g Probe mit 1.66 g Spectromelt C10	RFA am Pulverpressling
Silicium, gesamt				
Aluminiumoxid				
Calciumoxid				
Chrom(III)-oxid				
Eisen(III)-oxid				
Kaliumoxid				
Magnesiumoxid				
Mangan(III)-oxid				
Natriumoxid				
Phosphor(V)-oxid				
Schwefel(VI)-oxid				
Silicium(IV)-oxid				
Titan(IV)-oxid				
Zirkonium(IV)-oxid				
zusätzlich				
Bariumoxid	Hausmethode 3		10 g Probe mit 1.66 g	RFA am Pulverpressling
Wolframcarbid			Spectromelt	
Stickstoff	Hausmethode 4		Spectromelt	RFA am Pulverpressling

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH

Otto-Hahn-Straße 2
D-57482 Wenden-Hünsborn
Tel.: +49 (0) 27 62 / 97 40-0
Fax: +49 (0) 27 62 / 97 40-11

Web: www.huk-umweltlabor.de
E-Mail: info@huk-umweltlabor.de

Labor Wetzlar

Buderusstraße 25
D-35576 Wetzlar
Tel.: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-0
Fax: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-9

USt.-ID-Nr.: DE 161 589 656
Amtsgericht Siegen · HRB 7085
Geschäftsführer:
Dr. William Kwarteng,
Dr. Lars Füchtjohann, Argjend Kameraj

Volksbank Siegerland eG
IBAN: DE55 4606 0040 0804 4067 01
BIC: GENODEM1SNS
Sparkasse Siegen
IBAN: DE60 4605 0001 0000 0502 37
BIC: WELADED1SIE

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

Zusammenfassung

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die klassischen SiC-Komponenten Gravimetrie und Verbrennung /IR aufgrund eines Mangels an Alternativen vorherrschend bei der C und SiC-Bilanz sind. Einzige Ausnahme bildet hierbei das Labor K, welches aus der Linienverschiebung der RFA-Si-Linien SiC berechnet.

Im Bereich der Bestimmung des metallischen Siliziums existieren diverse Varianten zur klassischen Gasvolumetrie. Im Bereich der „restlichen“ Elemente wird zur Elementbestimmung die RFA (sowohl mit Schmelzaufschluss als auch mit Presslingspräparation) und ICP-OES eingesetzt.

Parameter	Methode	Anzahl	Parameter	Methode	Anzahl
Glühverlust (750°C)	Glühen / Gravimetrie	8	Magnesiumoxid	Schmelzaufschluß / RFA	6
Kohlenstoff, gesamt	Verbrennung / IR	8		Pressling / RFA	1
Kohlenstoff, frei	Verbrennung / IR	8		Säureaufschluß / ICP-OES	2
Schwefel, gesamt	Verbrennung / IR	6	Mangan(III)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	6
Silicium, frei	NaOH-Extraktion / GC-Messung von H ₂	1		Pressling / RFA	1
	NaOH-Extraktion / Klass. Gasvolumetrie	5		Säureaufschluß / ICP-OES	1
	NaOH-Extraktion / Si-Messung ICP-OES	1	Natriumoxid	Schmelzaufschluß / RFA	5
	Rietveld-Analyse	1		Pressling / RFA	1
Siliciumcarbid	Berechnung C-Bilanz	8		Säureaufschluß / ICP-OES	1
	RFA - Linienverschiebung	1		Schmelzaufschluß / Lösen / ICP-OES	1
Silicium, gesamt	Schmelzaufschluß / RFA	3	Phosphor(V)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	6
	Berechnung aus SiO ₂	2		Pressling / RFA	1
	Säureaufschluß / ICP-OES	1		Säureaufschluß / ICP-OES	1
Aluminiumoxid	Schmelzaufschluß / RFA	6	Schwefel(VI)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	2
	Pressling / RFA	1		Pressling / RFA	3
	Säureaufschluß / ICP-OES	2		Säureaufschluß / ICP-OES	1
Calciumoxid	Schmelzaufschluß / RFA	6	Silicium(IV)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	4
	Pressling / RFA	1		Pressling / RFA	1
	Säureaufschluß / ICP-OES	2		Säureaufschluß / ICP-OES	2
Chrom(III)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	4	Titan(IV)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	4
	Pressling / RFA	2		Pressling / RFA	2
	Säureaufschluß / ICP-OES	1		Säureaufschluß / ICP-OES	2
Eisen(III)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	6	Zirkonium(IV)-oxid	Schmelzaufschluß / RFA	6
	Pressling / RFA	1		Pressling / RFA	1
	Säureaufschluß / ICP-OES	2		Säureaufschluß / ICP-OES	1
Kaliumoxid	Schmelzaufschluß / RFA	5			
	Pressling / RFA	1			
	Säureaufschluß / ICP-OES	1			
	Schmelzaufschluß / Lösen / ICP-OES	1			

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH

Otto-Hahn-Straße 2
D-57482 Wenden-Hünsborn
Tel.: +49 (0) 27 62 / 97 40-0
Fax: +49 (0) 27 62 / 97 40-11

Web: www.huk-umweltlabor.de
E-Mail: info@huk-umweltlabor.de

Labor Wetzlar

Buderusstraße 25
D-35576 Wetzlar
Tel.: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-0
Fax: +49 (0) 64 41 / 38 19 85-9

USt.-ID-Nr.: DE 161 589 656
Amtsgericht Siegen · HRB 7085
Geschäftsführer:
Dr. William Kwarteng,
Dr. Lars Füchtjohann, Argjend Kameraj

Volksbank Siegerland eG
IBAN: DE55 4606 0040 0804 4067 01
BIC: GENODEM1SNS
Sparkasse Siegen
IBAN: DE60 4605 0001 0000 0502 37
BIC: WELADED1SIE

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

An die Laborteilnehmer der
SiC Laborvergleichsmessung HuK 2014

Wenden-Hünsborn, 09.09.2014

Sehr geehrte Damen und Herren,

im Rahmen der Vor- und Hauptuntersuchungen sind verschiedene zusätzliche Erkenntnis über die jeweiligen Proben ermittelt worden.

1.) Probe SiC10

Leider entsprach die SiC-Konzentration nicht der Vorabinformation unseres Werkes (SiC ca. 20%), sondern lag in der Gesamtkonzentration deutlich unterhalb der Zielgröße. Aufgrund des von uns selbst gesetzten Versandtermins war es leider nicht mehr möglich Alternativproben zu beschaffen, die besser in den gewünschten Bereich hineinpassten. In Zukunft werden wir frühzeitiger mit der Probenauswahl beginnen, um diesen Fehler nicht zu wiederholen.

2.) Probe SiC65

Im Zuge einer ersten durchgeführten Auswertung fiel auf, dass beim eigentlichen Berechnungsparameter SiO_2 eine erhebliche Messwertabweichung auftrat. Diese Abweichungen wichen von den restlichen Abweichungen anderer Parameter signifikant ab. Zudem wurden in der Si-Bilanzierung der einzelnen Labore teilweise die SiO_2 -Konzentrationen mit den eigenen Daten nicht „korrekt“ berechnet, was insbesondere für die Labore H und K galt.

Dieser zuerst von uns als Berechnungsfehler eingestuft Sachverhalt erklärte sich jedoch darüber, dass beide genannten Labore eine Röntgendiffraktionsmessung durchgeführt hatten und hierbei unabhängig voneinander feststellten, dass die restliche Si-Konzentration [Si, gesamt – (Si aus SiC + Si, metallisch)] nicht ausschließlich als SiO_2 vorlag, sondern maßgebliche Anteile an nitridischen Siliziumverbindungen in der Probe vorlagen. Die SiO_2 -Berechnung wurde somit durch die beiden Labore um die Beiträge von Siliziumnitriden und –oxinitriden berücksichtigt und somit nach unten korrigiert.

Aufgrund dieser Zusatzinformation haben wir eine Stickstoffmessung an der Probe SiC65 durchgeführt, welche mit einem Ergebnis von 3,5% Stickstoff in der Probe diesen Sachverhalt bestätigt.

Die Ursache hierfür liegt somit an der für uns nicht bekannten Herkunft des Feuerfestregenerates, welches jedoch nitridisch gebundene Phasen enthalten muss.

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

Anbei die zusätzlichen Informationen beider Labore:

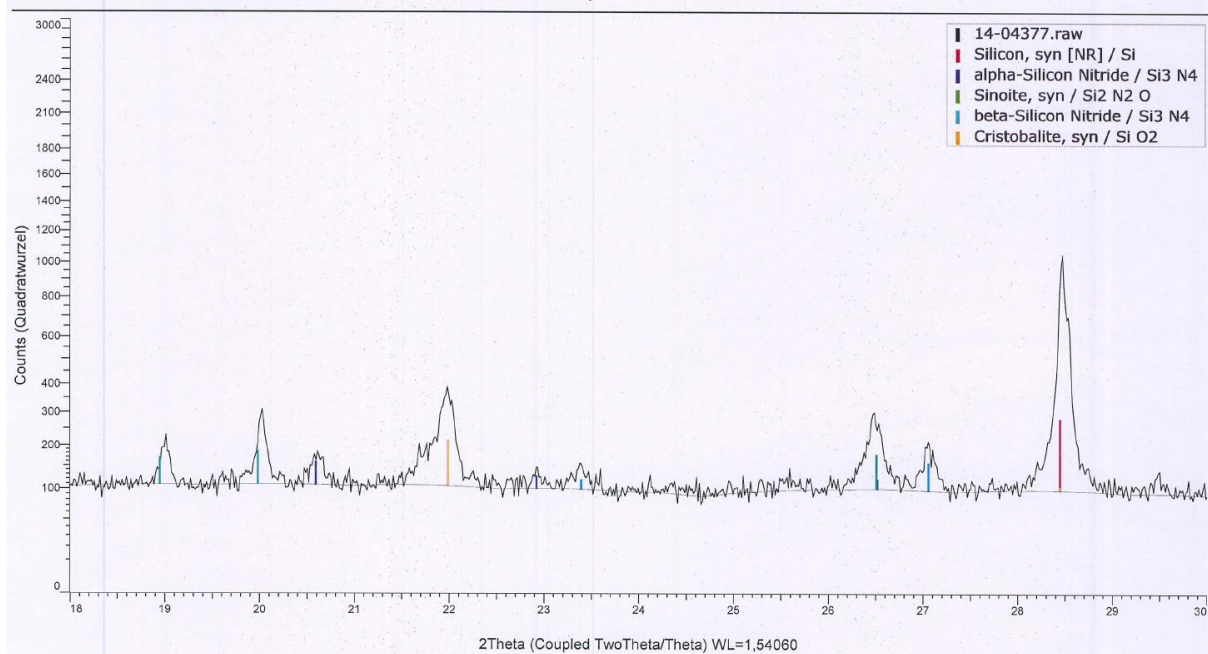
Labor H:

In der Probe sind 5 Phasen zu erkennen, s. auch XRD Diagramm:

- Si, metallisch
- alpha Si₃N₄
- beta Si₃N₄
- Sinoite Si₂N₂O
- Cristobalite SiO₂

<u>Si₂O₂N₂</u>	%	8
<u>alpha-Si₃N₄</u>	%	4
<u>beta-Si₃N₄</u>	%	3,5

SiC 65/ Probe 09 Ringversuch (Coupled TwoTheta/Theta)



Labor K:

HUK_SiC65_K	XRD - Diffraktogramm	
4,8	Siliciumoxynitrid	%
8,2	a-Siliciumnitrid	%
4,0	b-Siliciumnitrid	%
71,4	SiC	%
-	Korund	%
-	Andalusit	%
3,9	Quarz / Cristobalit	%
1,3	Cordierit	%
-	Mullit	%
6,4	Silicium metallisch	%

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

Im Zuge der Auswertung haben wir uns somit entschlossen zwei SiO₂-Komponenten einzuführen. Zum einen die berichtete SiO₂-Konzentration sowie zum anderen die aus den restlichen Si-Konzentrationen berechneten SiO₂-Daten.

Bei der zweiten („berechneten“) Konzentration wurde hierbei nach Norm vorgegangen ohne Berücksichtigung der nitridischen Phasen.

Dieser Weg wurde gewählt, um eine mathematische Vergleichbarkeit zwischen allen Laboren herzustellen, ungeachtet der Tatsache, dass die zusätzlichen (richtigen) Infos nicht berücksichtigt werden.

Im Folgenden ist noch einmal der entsprechende Rechenweg aufgeführt:

	A	C	E	F	G	H	K	MW
Probe SiC10								
Si, gesamt	11,895	10,950	11,630	12,065	11,860	12,500	10,400	11,661
SiC	4,010	3,600	6,400	4,445	4,250	3,945	2,385	3,989
Si-SiC	2,816	2,528	4,495	3,122	2,985	2,771	1,675	2,802
Si, met	2,205	2,700	0,000	2,185	2,015	1,800	1,950	2,184
Si-Differenz	6,874	5,722	7,135	6,758	6,860	7,929	6,775	6,675
SiO2-berechnet	14,70	12,24	15,26	14,46	14,68	16,96	14,49	14,28
Probe SiC65								
Si, gesamt	64,890	64,200	64,500	64,430	64,125	63,450	67,950	64,711
SiC	67,245	69,300	69,700	69,760	69,395	69,400	78,910	69,081
Si-SiC	47,226	48,669	48,950	48,992	48,736	48,740	55,418	48,516
Si, met	6,980	8,200		6,830	5,940	4,050	6,400	6,596
Si-Differenz	10,684	7,331		8,608	9,449	10,660	6,132	9,600
SiO2-berechnet	22,85	15,68		18,41	20,21	22,80	13,12	20,54

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics

Statistical Evaluation

FLUXANA is using **robust statistical methods** for the evaluation process.

The assigned values were determined as consensus values from the participants. Additionally all statistical data were calculated using robust statistical methods according DIN ISO 13528:2009-01, ISO/TS 20612:2007 and DIN 38402-45:2014-06.

Advantages of using robust statistics

Statistical methods are robust in the sense that any outliers have only a limited effect on the overall result. Steps were taken to ensure that the results are still meaningful even if the proportion of outliers is 1/3. Robust statistics are also preferable for small populations.

Outliers

All data were used for the robust statistics after a check for obvious blunders. Outliers in the statistical sense are typically not detected when using robust statistical methods because the robust A+S algorithms were found to work better than the classical approach (which is outlier detection plus arithmetic mean and classical s.d. formula). Outlier shown in the table are only based on z-scores and marked with E or B.

Calculation of Mean m

The mean m for all laboratories was calculated using the Hampel estimator (ISO/TS 20612:2007 9.2.3) based on the laboratory means μ .

Calculation of reproducibility standard deviation s_R

The reproducibility standard deviation s_R was calculated using the Q-method (ISO/TS 20612:2007 9.2.3).

Calculation of repeatability standard deviation s_r

The repeatability standard deviation s_r was also calculated using the Q-method.

Uncertainty of Mean U

The uncertainty of mean U for $k=2$ (95% confidence level) was calculated from the reproducibility standard deviation s_R and the laboratories p with valid data according DIN ISO 13528:2009-01 and Nordtest TR 537 ed. 3.1:

$$(1) \quad U = 2 * 1.25 * \frac{s_R}{\sqrt{p}}$$

Laboratory performance

Laboratory proficiency assessment was based on z-scores.

From all laboratory means μ the **z-score** z was calculated:

$$(2) \quad Z = \frac{|m - \mu|}{S_R}$$

m	Mean value of all laboratories (assigned value)
μ	Mean value of individual laboratory
S_R	Reproducibility standard deviation

Assessment on z-scores:

$z \leq 2.0$	indicates ‚satisfactory‘ performance = generates no signal
$2.0 < z < 3.0$	indicates ‚questionable‘ performance = generates a warning signal
$z \geq 3.0$	indicates ‚unsatisfactory‘ performance = generates an action signal

All laboratory means μ with $z \geq 2$ were marked with an ‘E’. z-scores with $3 \geq z \geq 2$ were highlighted with a yellow color, z-scores with $z \geq 3$ were highlighted with a red color.

Statistical parameters

Sample SiC10

	Aluminiumoxid	Kohlenstoff, frei	Kohlenstoff, gesamt	Calciumoxid	Chrom(III)-oxid	Eisen(III)-oxid	Glühverlust (750°C)
No. of laboratories with quantitative values	8	9	8	9	7	9	9
Assigned value	71,227	1,063	2,313	1,376	0,109	1,412	1,309
95% range of uncertainty of the mean	±0,855	±0,214	±0,070	±0,076	±0,016	±0,140	±0,245
Reproducibility s.d.	0,967	0,257	0,079	0,091	0,017	0,168	0,294
Repeatability s.d.	0,183	0,041	0,014	0,009	0,008	0,089	0,023
Lower limit of tolerance	69,294	0,549	2,155	1,194	0,075	1,077	0,721
Upper limit of tolerance	73,161	1,577	2,471	1,558	0,144	1,747	1,896

	Kaliumoxid	Magnesiumoxid	Mangan(III)-oxid	Natriumoxid	Phosphor(V)-oxid	Schwefel, gesamt	Silicium, frei	Silicium, gesamt
No. of laboratories with quantitative values	8	9	7	7	8	6	8	8
Assigned value	0,177	1,576	0,049	0,101	0,026	0,083	2,175	11,717
95% range of uncertainty of the mean	±0,020	±0,213	±0,018	±0,066	±0,010	±0,019	±0,266	±0,510
Reproducibility s.d.	0,023	0,255	0,019	0,070	0,011	0,018	0,301	0,577
Repeatability s.d.	0,007	0,034	0,008	0,008	0,004	0,003	0,050	0,055
Lower limit of tolerance	0,132	1,066	0,012	-0,039	0,003	0,047	1,573	10,563
Upper limit of tolerance	0,223	2,087	0,087	0,241	0,049	0,120	2,778	12,871

	Siliciumcarbid	Silicium(IV)-oxid	Silicium(IV)-oxid berechnet	Schwefel(VI)-oxid	Titan(IV)-oxid	Zirkonium(IV)-oxid
No. of laboratories with quantitative values	9	7	7	5	8	8
Assigned value	3,874	14,474	14,757	0,143	1,270	0,099
95% range of uncertainty of the mean	±0,722	±2,349	±0,503	±0,149	±0,175	±0,016
Reproducibility s.d.	0,866	2,485	0,532	0,133	0,198	0,018
Repeatability s.d.	0,084	0,219		0,023	0,013	0,005
Lower limit of tolerance	2,142	9,503	13,692	-0,124	0,874	0,063
Upper limit of tolerance	5,606	19,444	15,821	0,409	1,667	0,134

Statistical parameters

Sample SiC65

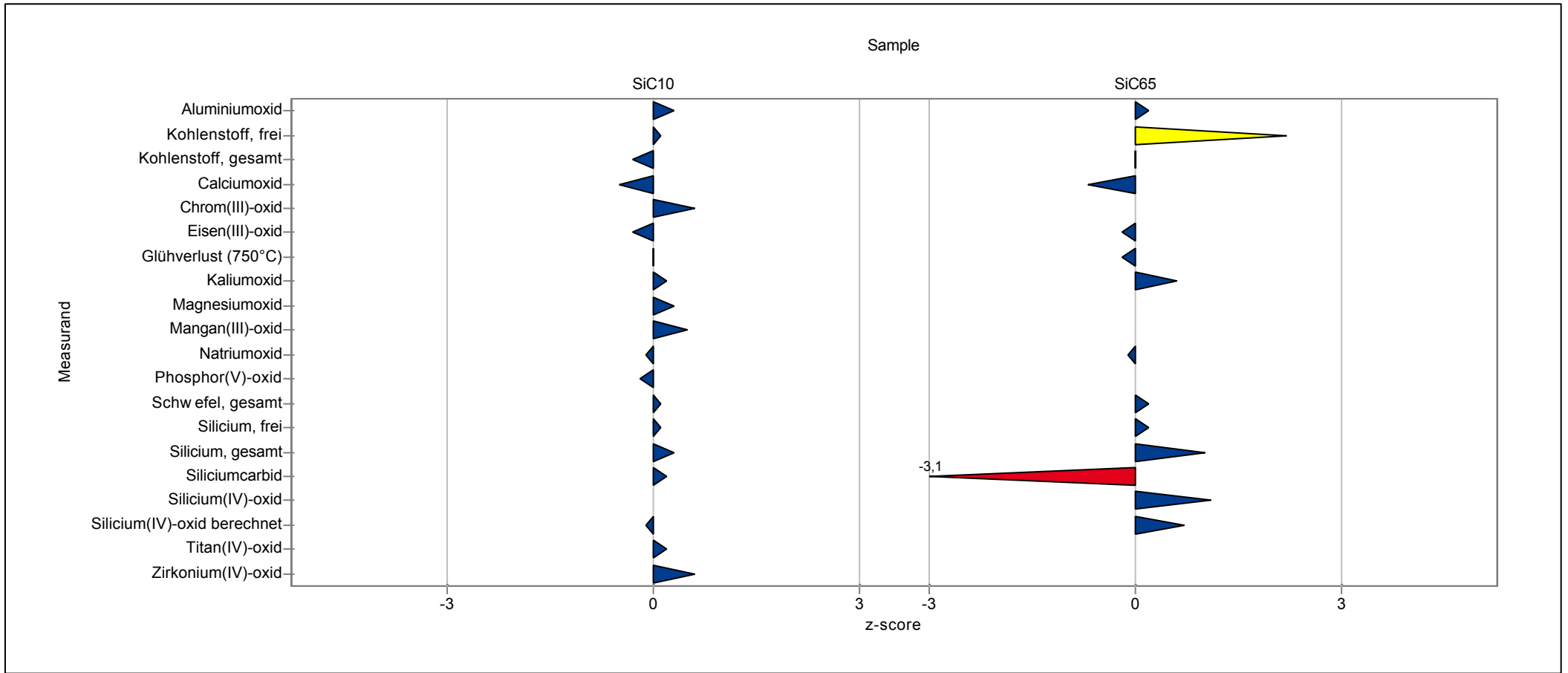
	Aluminiumoxid	Kohlenstoff, frei	Kohlenstoff, gesamt	Calciumoxid	Chrom(III)-oxid	Eisen(III)-oxid	Glühverlust (750°C)
No. of laboratories with quantitative values	9	8	8	9	6	9	9
Assigned value	2,733	0,336	21,046	0,173	0,093	2,024	0,136
95% range of uncertainty of the mean	±0,407	±0,223	±0,169	±0,048	±0,020	±0,379	±0,176
Reproducibility s.d.	0,488	0,252	0,192	0,057	0,019	0,455	0,212
Repeatability s.d.	0,125	0,058	0,146	0,008	0,009	0,058	0,007
Lower limit of tolerance	1,756	-0,168	20,663	0,059	0,054	1,114	-0,287
Upper limit of tolerance	3,709	0,841	21,430	0,287	0,131	2,934	0,559

	Kaliumoxid	Magnesiumoxid	Mangan(III)-oxid	Natriumoxid	Phosphor(V)-oxid	Schwefel, gesamt	Silicium, frei	Silicium, gesamt
No. of laboratories with quantitative values	8	8	7	7	5	5	8	8
Assigned value	0,086	0,213	0,017	0,074	0,014	0,033	6,738	64,248
95% range of uncertainty of the mean	±0,022	±0,056	±0,010	±0,048	±0,009	±0,007	±0,914	±0,588
Reproducibility s.d.	0,025	0,064	0,010	0,051	0,008	0,006	1,034	0,666
Repeatability s.d.	0,006	0,064	0,000	0,009	0,002	0,001	0,055	0,088
Lower limit of tolerance	0,036	0,085	-0,004	-0,028	-0,001	0,021	4,669	62,917
Upper limit of tolerance	0,136	0,340	0,037	0,176	0,030	0,045	8,806	65,580

	Siliciumcarbid	Silicium(IV)-oxid	Silicium(IV)-oxid berechnet	Schwefel(VI)-oxid	Titan(IV)-oxid	Zirkonium(IV)-oxid
No. of laboratories with quantitative values	9	7	6	4	7	6
Assigned value	69,211	14,108	18,847	0,051	0,070	0,038
95% range of uncertainty of the mean	±0,536	±8,010	±5,898	±0,041	±0,019	±0,020
Reproducibility s.d.	0,643	8,477	5,779	0,033	0,020	0,020
Repeatability s.d.	0,148	0,307		0,009	0,004	0,003
Lower limit of tolerance	67,924	-2,846	7,289	-0,015	0,030	-0,002
Upper limit of tolerance	70,497	31,062	30,405	0,117	0,111	0,078

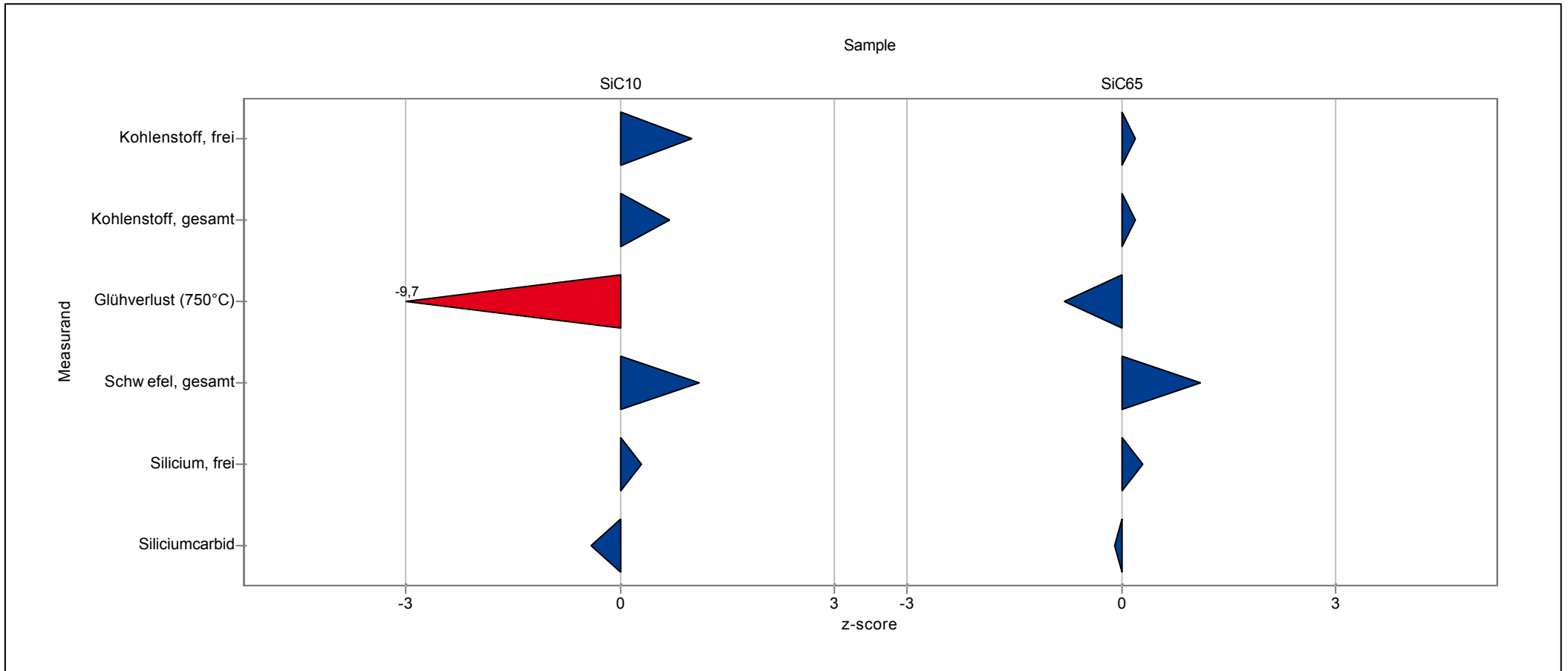
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: A



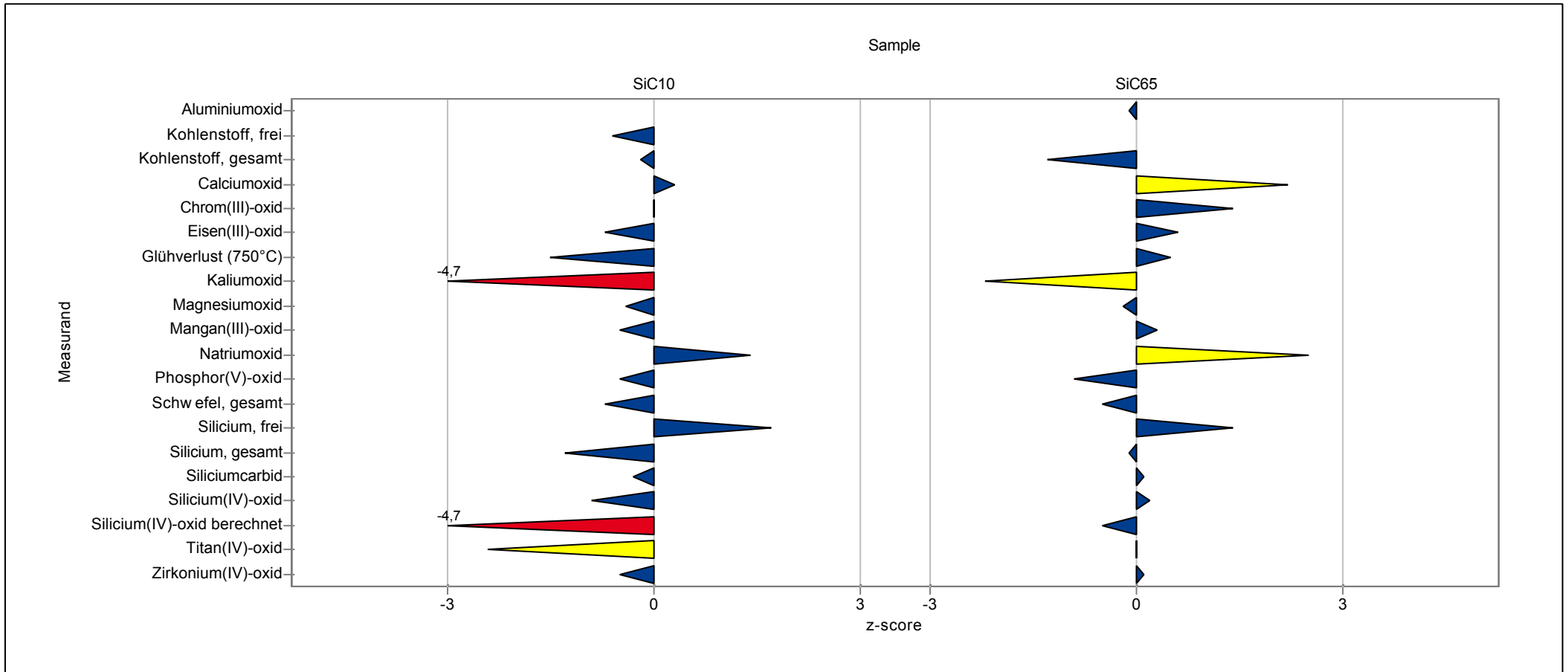
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: B



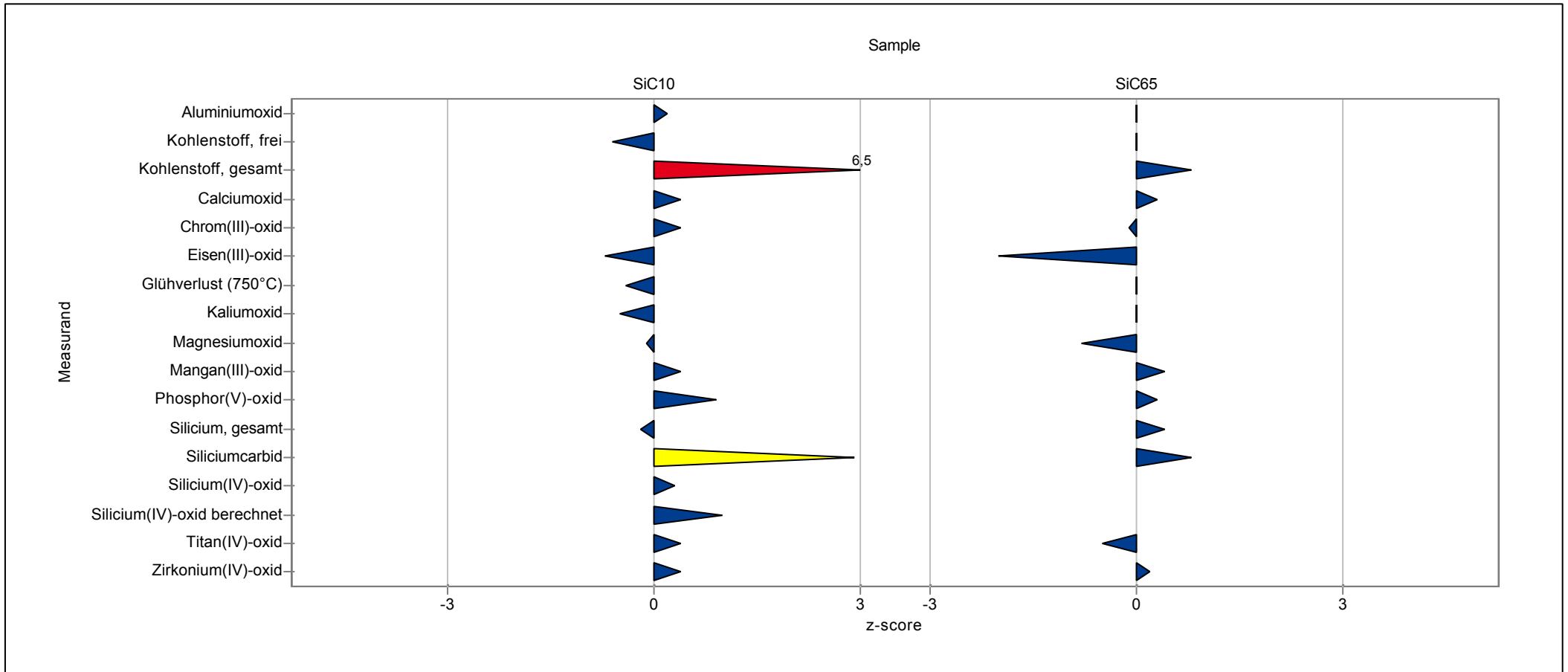
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: C



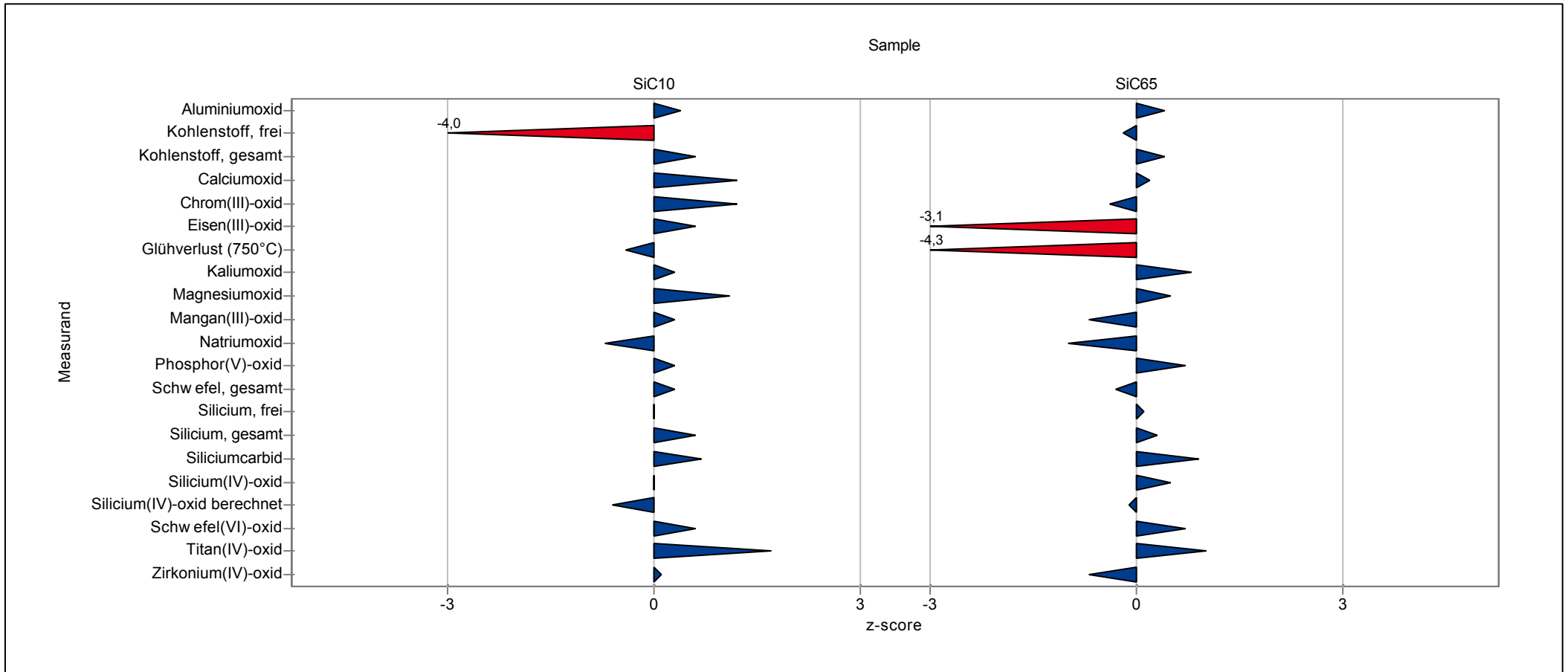
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: E



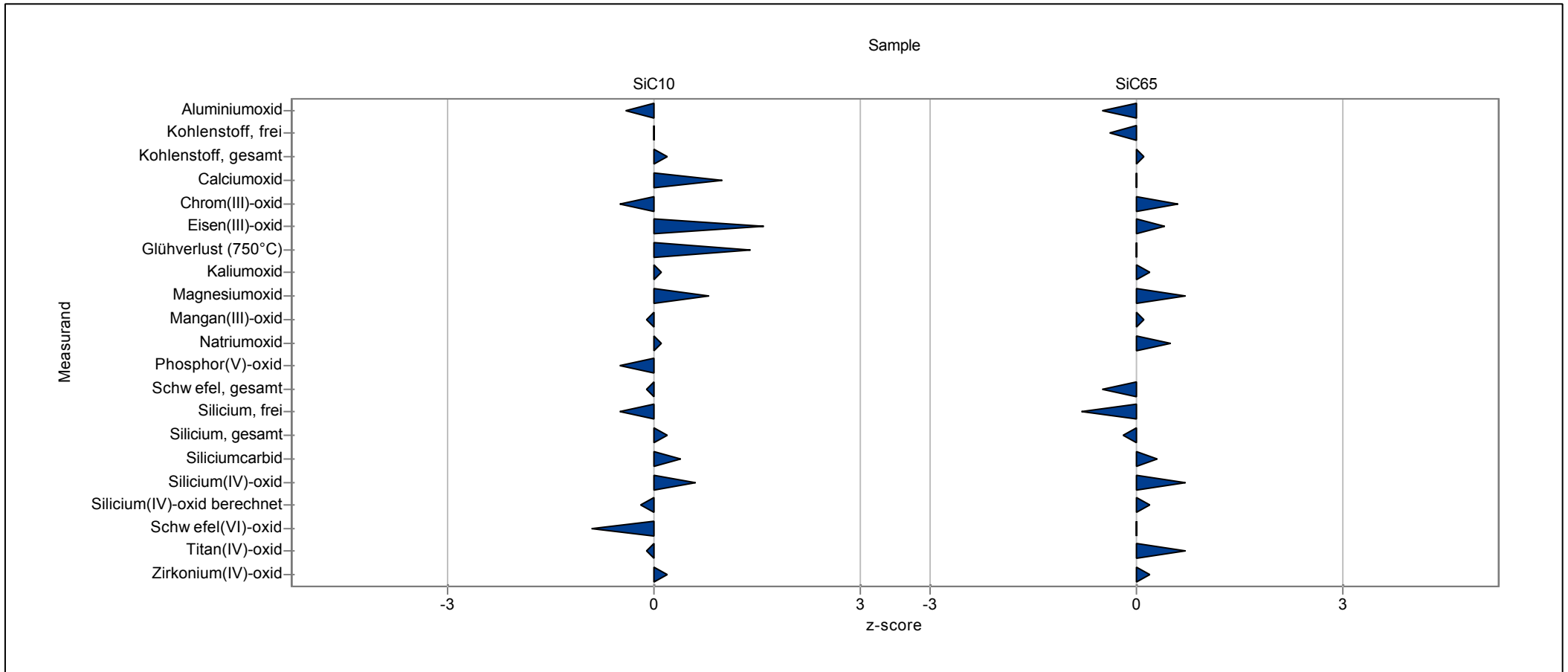
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: F



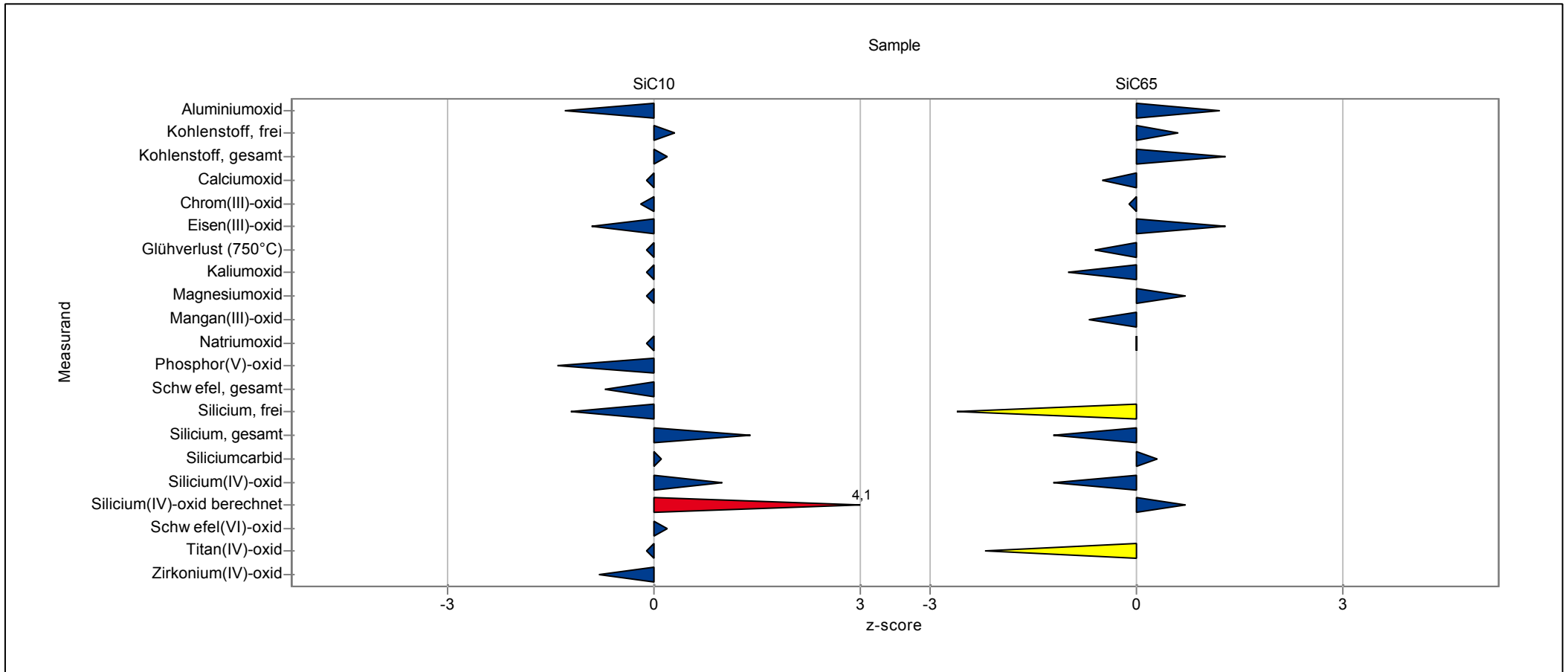
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: G



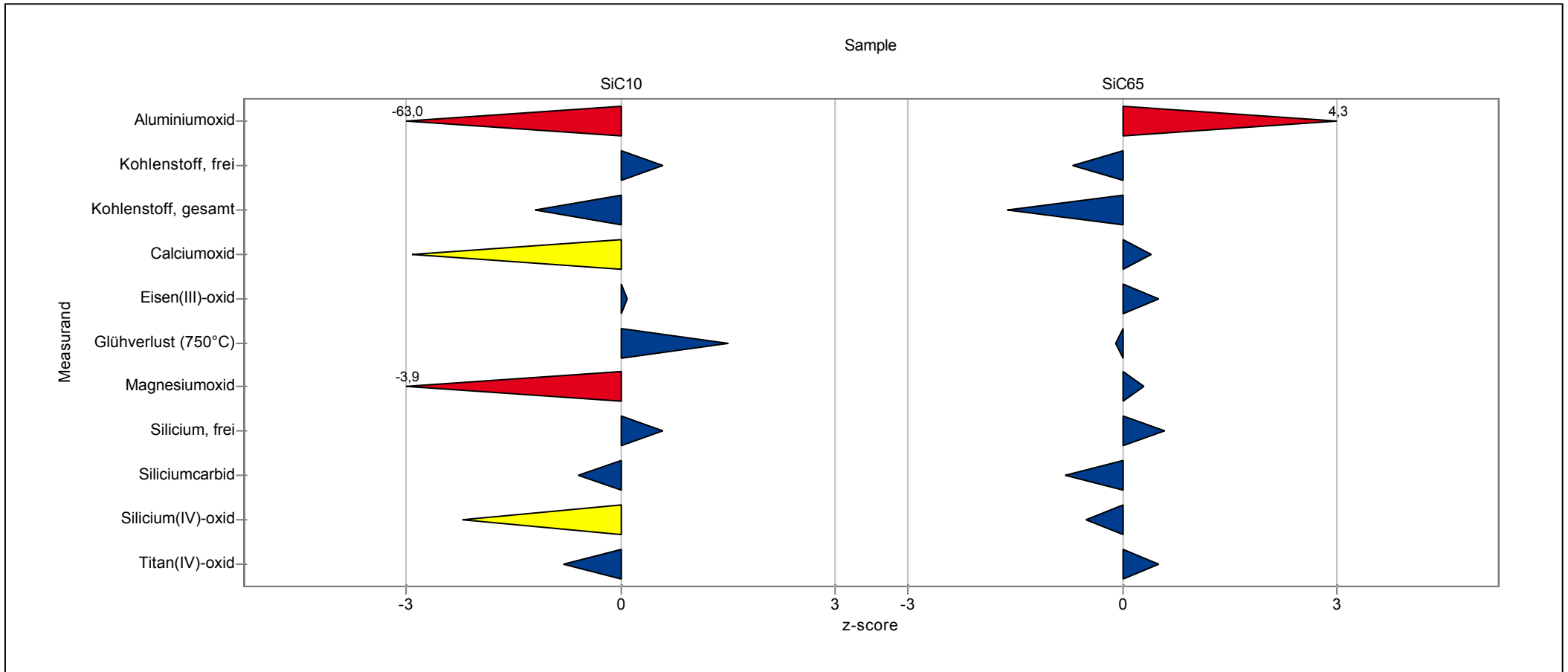
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: H



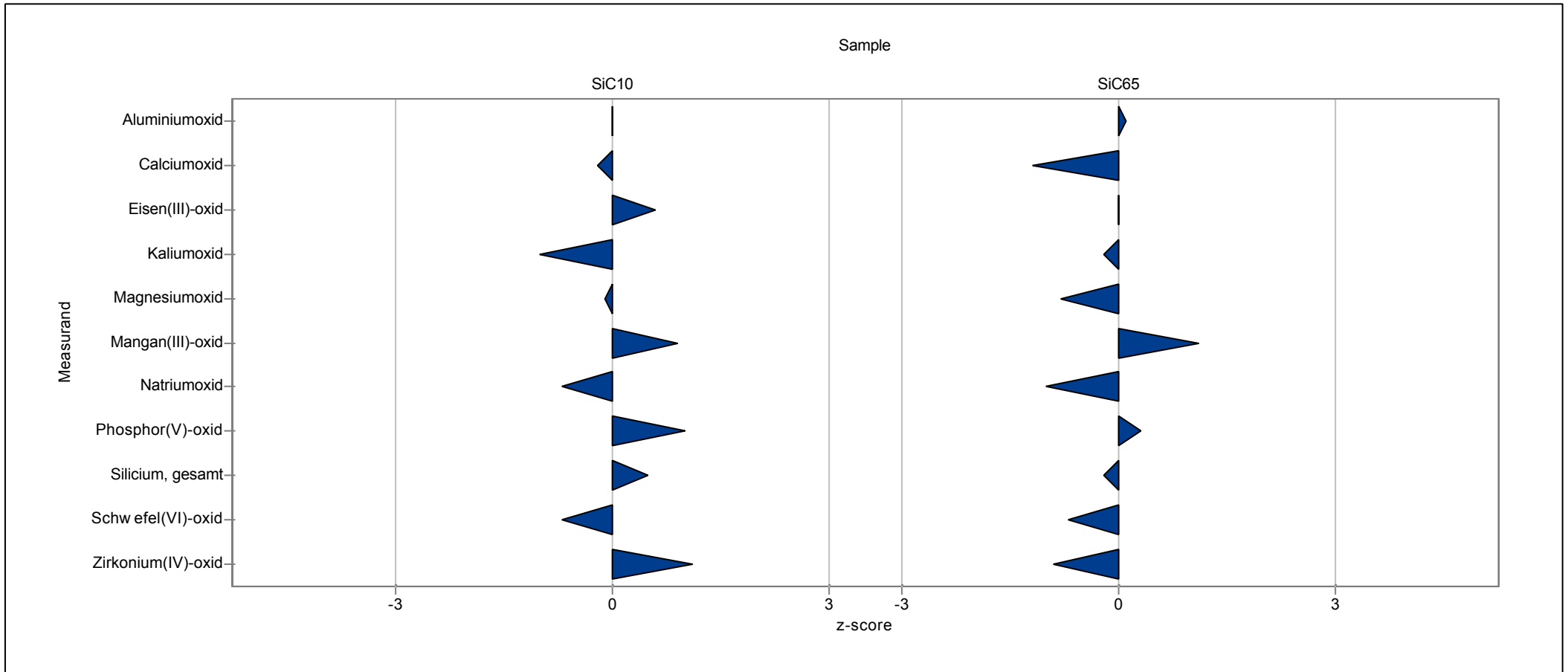
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: I



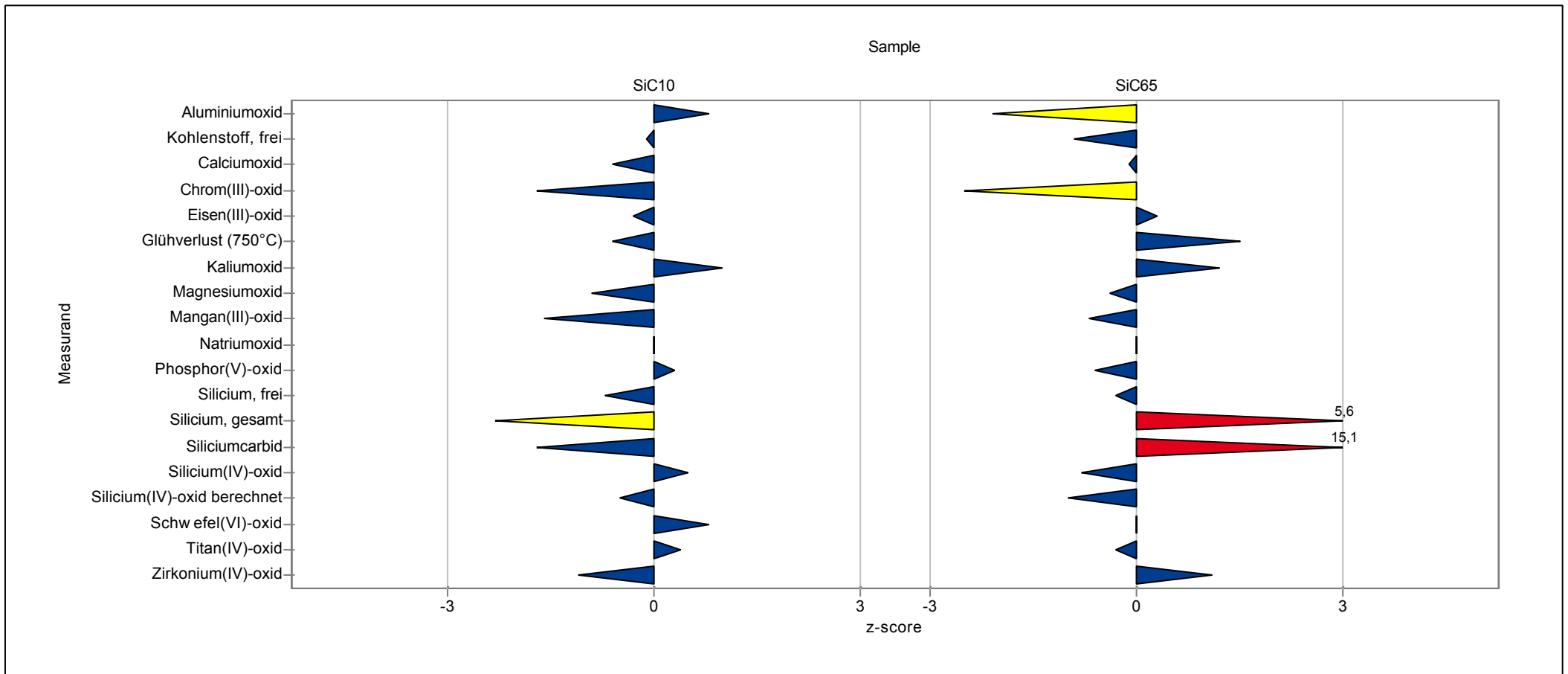
Laboratory chart of z-scores

Laboratory: J



Laboratory chart of z-scores

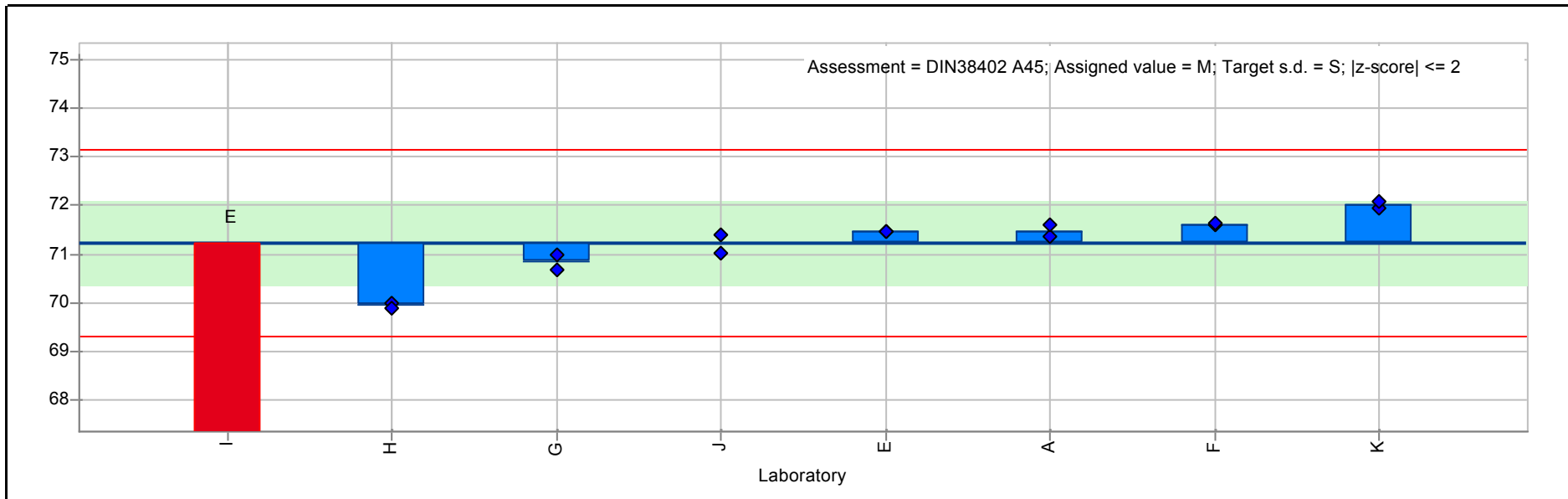
Laboratory: K



Summary results



Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,967
Measurand	Aluminiumoxid	Repeat. s.d	0,183
Sample ± U(Mean):	71,227 ± 0,855	Range of tolerance:	69,294 - 73,161 (z-score ≤ 2,0)
No. of laboratories:	8	Sample	DIN 38402 A45
Sample	71,227 (Empirical value)	Sample	0,967 (Empirical value)

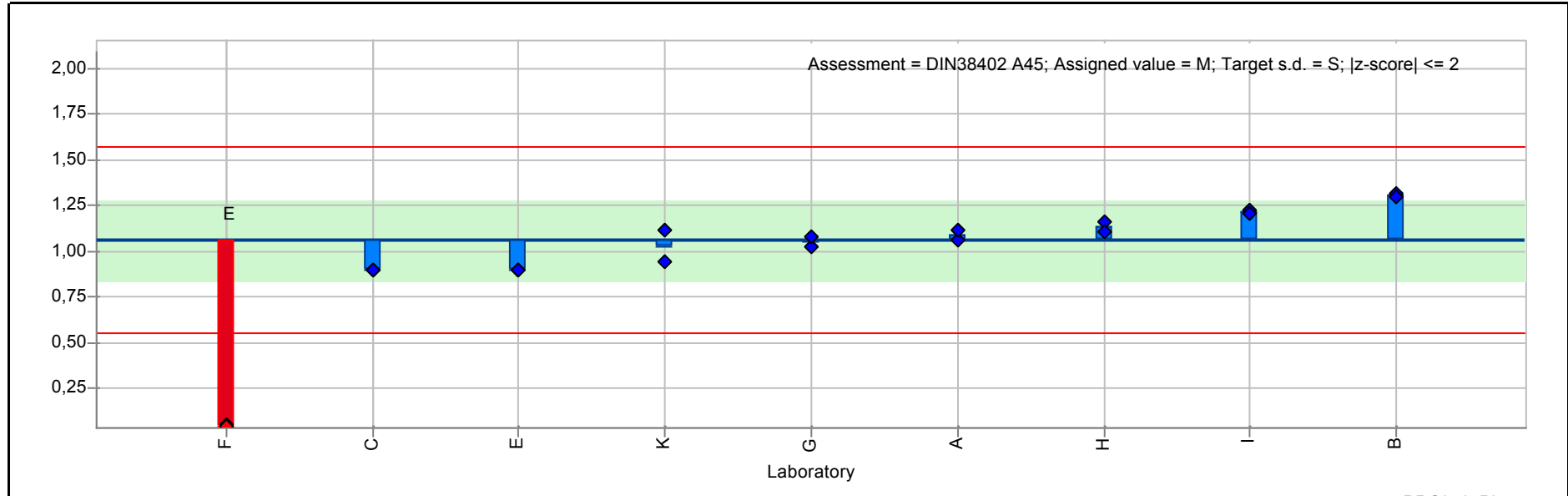


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	71,475	0,163	0,3		71,360	71,590			
B									

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
C									
E	71,465	0,021	0,2		71,450	71,480			
F	71,620	0,042	0,4		71,590	71,650			
G	70,840	0,226	-0,4		70,680	71,000			
H	69,950	0,071	-1,3		70,000	69,900			
I	10,345	1,138	-63,0	E	9,540	11,150			
J	71,221	0,265	0,0		71,408	71,033			
K	72,020	0,085	0,8		71,960	72,080			

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,257
Measurand	Kohlenstoff, frei	Repeat. s.d	0,041
Sample ± U(Mean):	1,063 ± 0,214	Range of tolerance:	0,549 - 1,577 (z-score <= 2,0)
No. of laboratories:	9	Sample	DIN 38402 A45
Sample	1,063 (Empirical value)	Sample	0,257 (Empirical value)

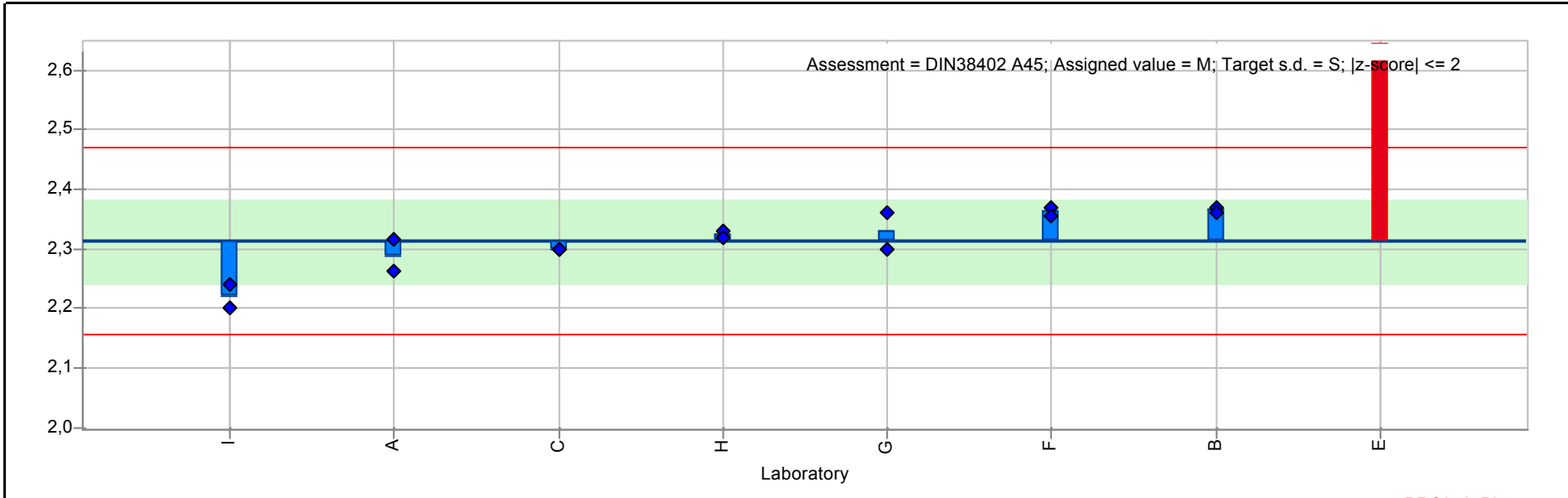


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,090	0,042	0,1		1,060	1,120			
B	1,310	0,014	1,0		1,320	1,300			
C	0,900	0,000	-0,6		0,900	0,900			
E	0,900	0,000	-0,6		0,900	0,900			
F	0,045	0,007	-4,0	E	0,050	0,040			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,055	0,035	0,0		1,030	1,080			
H	1,135	0,035	0,3		1,160	1,110			
I	1,220	0,014	0,6		1,230	1,210			
J									
K	1,030	0,127	-0,1		1,120	0,940			

Sample **SiC10** **Reprod. s.d.** **0,079**
Measurand **Kohlenstoff, gesamt** **Repeat. s.d** **0,014**
Sample ± U(Mean): **2,313 ± 0,070** **Range of tolerance:** **2,155 - 2,471 (|z-score| <= 2,0)** **E**
No. of laboratories: **8** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **2,313 (Empirical value)** **Sample** **0,079 (Empirical value)**

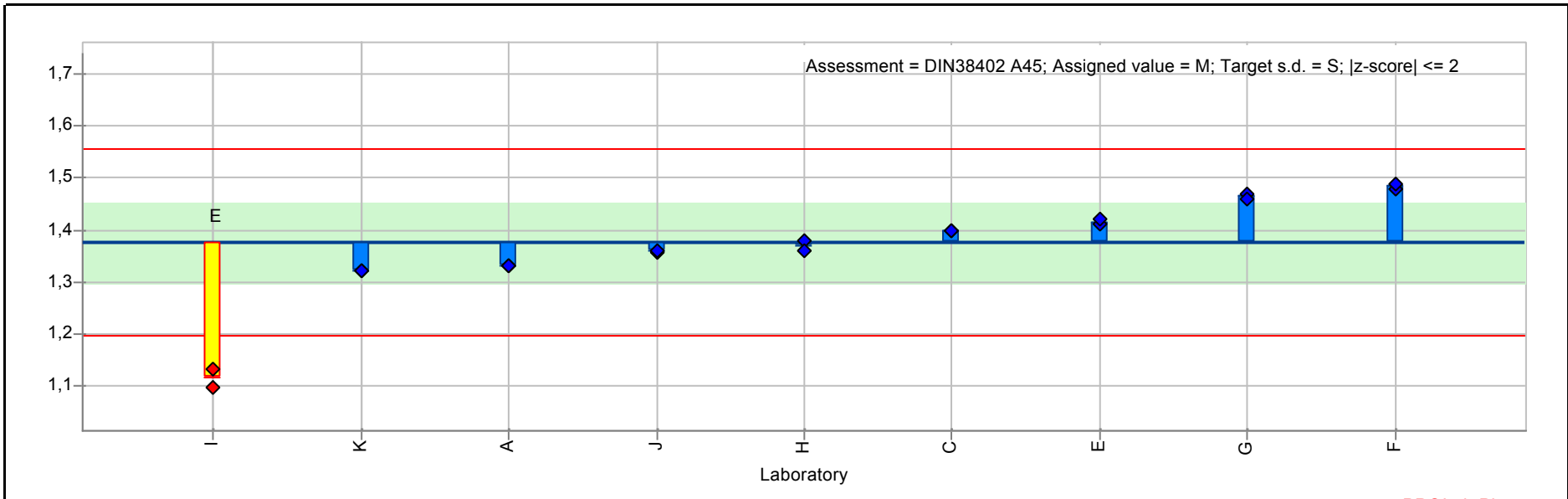


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	2,289	0,037	-0,3		2,263	2,315			
B	2,365	0,007	0,7		2,370	2,360			
C	2,300	0,000	-0,2		2,300	2,300			
E	2,825	0,007	6,5	E	2,820	2,830			
F	2,362	0,011	0,6		2,370	2,355			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	2,330	0,042	0,2		2,300	2,360			
H	2,325	0,007	0,2		2,330	2,320			
I	2,220	0,028	-1,2		2,240	2,200			
J									
K									

Sample **SiC10** **Reprod. s.d.** **0,091**
Measurand **Calciumoxid** **Repeat. s.d.** **0,009**
Sample ± U(Mean): **1,376 ± 0,076** **Range of tolerance:** **1,194 - 1,558 (|z-score| <= 2,0)**
No. of laboratories: **9** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **1,376 (Empirical value)** **Sample** **0,091 (Empirical value)**



Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,330	0,000	-0,5		1,330	1,330			
B									
C	1,400	0,000	0,3		1,400	1,400			
E	1,415	0,007	0,4		1,410	1,420			
F	1,485	0,007	1,2		1,480	1,490			

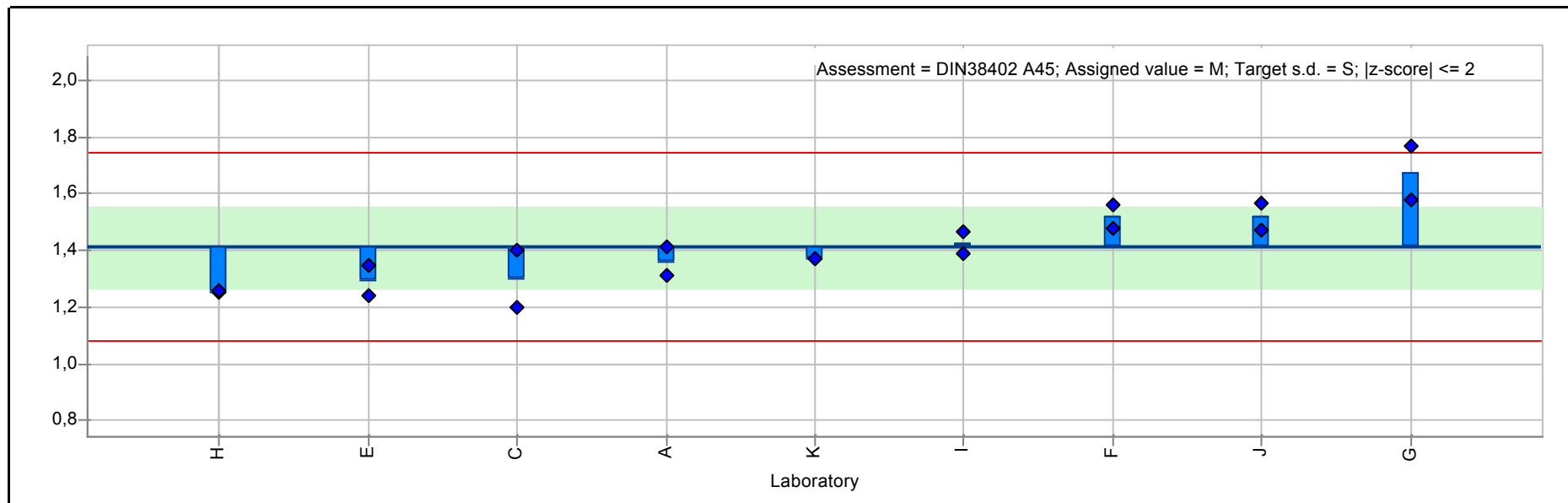
2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,465	0,007	1,0		1,470	1,460			
H	1,370	0,014	-0,1		1,380	1,360			
I	1,114	0,025	-2,9	E	1,096	1,132			
J	1,359	0,001	-0,2		1,358	1,359			
K	1,320	0,000	-0,6		1,320	1,320			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,101	0,013	-0,5		0,091	0,110			
H	0,105	0,007	-0,2		0,110	0,100			
I									
J									
K	0,080	0,014	-1,7		0,090	0,070			

Sample SiC10 **Reprod. s.d.** 0,168
Measurand Eisen(III)-oxid **Repeat. s.d.** 0,089
Sample ± U(Mean): 1,412 ± 0,140 **Range of tolerance:** 1,077 - 1,747 ($|z\text{-score}| \leq 2,0$)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 1,412 (Empirical value) **Sample** 0,168 (Empirical value)

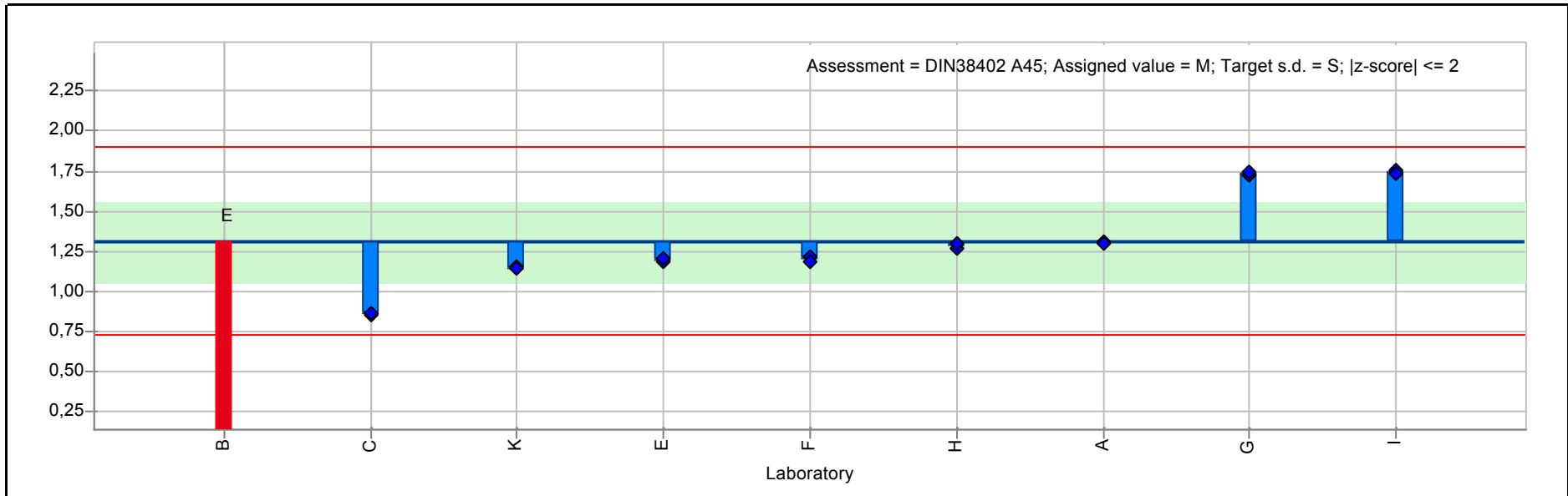


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,360	0,071	-0,3		1,310	1,410			
B									
C	1,300	0,141	-0,7		1,200	1,400			
E	1,295	0,078	-0,7		1,240	1,350			
F	1,520	0,057	0,6		1,480	1,560			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,675	0,134	1,6		1,770	1,580			
H	1,255	0,007	-0,9		1,250	1,260			
I	1,427	0,057	0,1		1,387	1,467			
J	1,520	0,065	0,6		1,474	1,566			
K	1,370	0,000	-0,3		1,370	1,370			

Sample **SiC10** **Reprod. s.d.** **0,294**
Measurand **Glühverlust (750°C)** **Repeat. s.d** **0,023**
Sample ± U(Mean): **1,309 ± 0,245** **Range of tolerance:** **0,721 - 1,896 (|z-score| <= 2,0)**
No. of laboratories: **9** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **1,309 (Empirical value)** **Sample** **0,294 (Empirical value)**

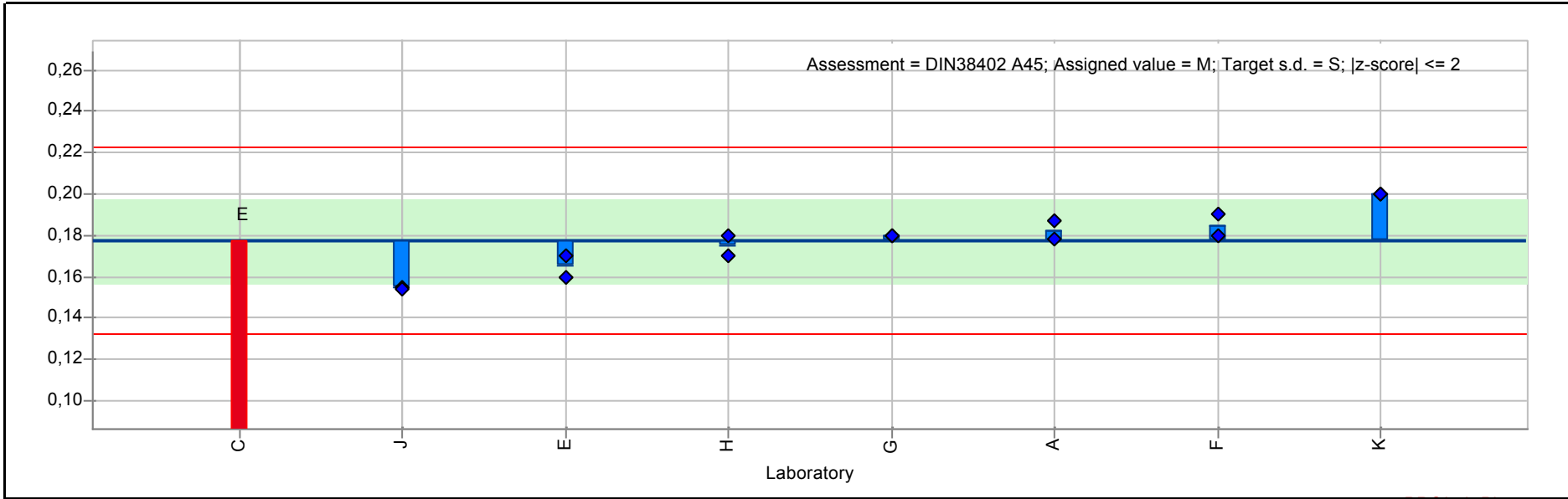


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,305	0,007	0,0		1,310	1,300			
B	-1,535	0,021	-9,7	E	-1,520	-1,550			
C	0,857	0,004	-1,5		0,855	0,860			
E	1,190	0,014	-0,4		1,180	1,200			
F	1,200	0,028	-0,4		1,220	1,180			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,730	0,014	1,4		1,720	1,740			
H	1,285	0,021	-0,1		1,270	1,300			
I	1,745	0,021	1,5		1,760	1,730			
J									
K	1,145	0,007	-0,6		1,150	1,140			

Sample **SiC10** **Reprod. s.d.** **0,023**
Measurand **Kaliumoxid** **Repeat. s.d** **0,007**
Sample ± U(Mean): **0,177 ± 0,020** **Range of tolerance:** **0,132 - 0,223 (|z-score| ≤ 2,0)**
No. of laboratories: **8** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **0,177 (Empirical value)** **Sample** **0,023 (Empirical value)**

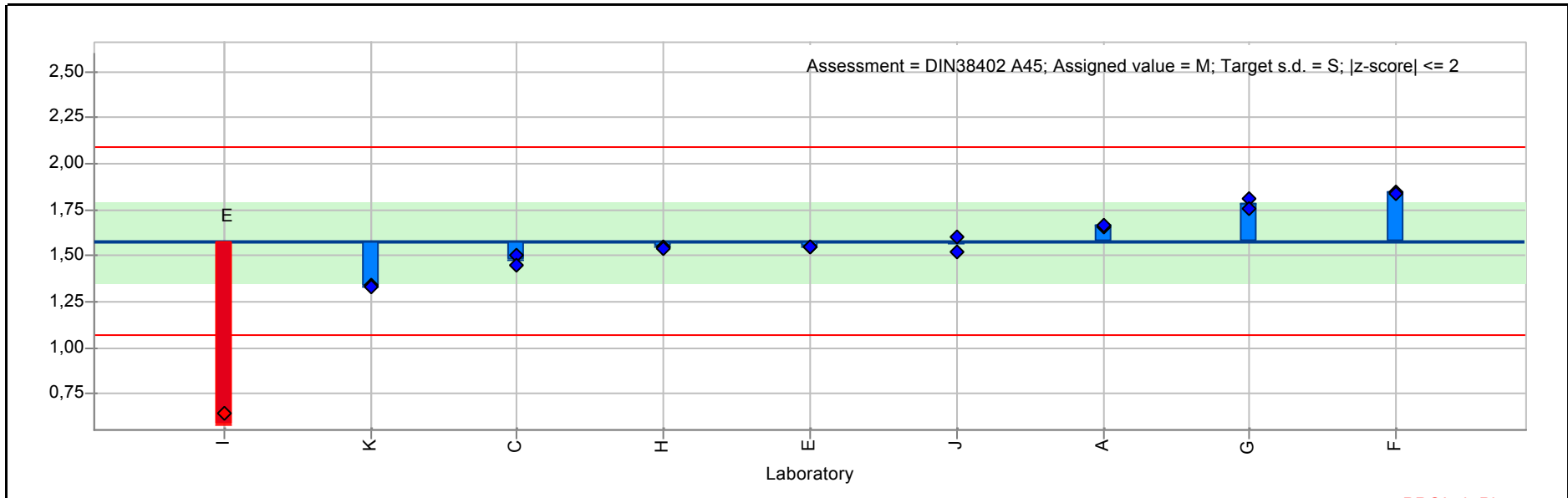


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,182	0,006	0,2		0,178	0,187			
B									
C	0,070	0,000	-4,7	E	0,070	0,070			
E	0,165	0,007	-0,5		0,160	0,170			
F	0,185	0,007	0,3		0,180	0,190			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,180	0,000	0,1		0,180	0,180			
H	0,175	0,007	-0,1		0,170	0,180			
I									
J	0,154	0,001	-1,0		0,155	0,154			
K	0,200	0,000	1,0		0,200	0,200			

Sample **SiC10** **Reprod. s.d.** **0,255**
Measurand **Magnesiumoxid** **Repeat. s.d.** **0,034**
Sample ± U(Mean): **1,576 ± 0,213** **Range of tolerance:** **1,066 - 2,087 (|z-score| ≤ 2,0)**
No. of laboratories: **9** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **1,576 (Empirical value)** **Sample** **0,255 (Empirical value)**

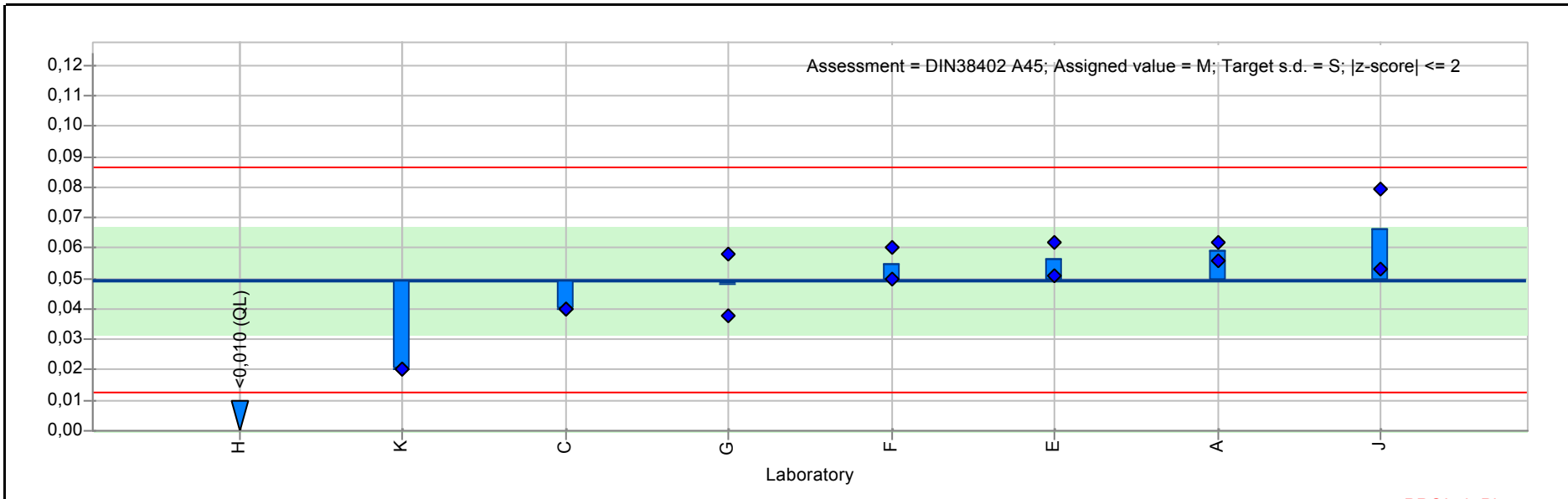


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,665	0,007	0,3		1,660	1,670			
B									
C	1,475	0,035	-0,4		1,500	1,450			
E	1,550	0,000	-0,1		1,550	1,550			
F	1,845	0,007	1,1		1,850	1,840			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,785	0,035	0,8		1,810	1,760			
H	1,545	0,007	-0,1		1,550	1,540			
I	0,581	0,092	-3,9	E	0,516	0,646			
J	1,563	0,059	-0,1		1,605	1,521			
K	1,335	0,007	-0,9		1,340	1,330			

Sample SiC10 **Reprod. s.d.** 0,019
Measurand Mangan(III)-oxid **Repeat. s.d** 0,008
Sample ± U(Mean): 0,049 ± 0,018 **Range of tolerance:** 0,012 - 0,087 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 7 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,049 (Empirical value) **Sample** 0,019 (Empirical value)

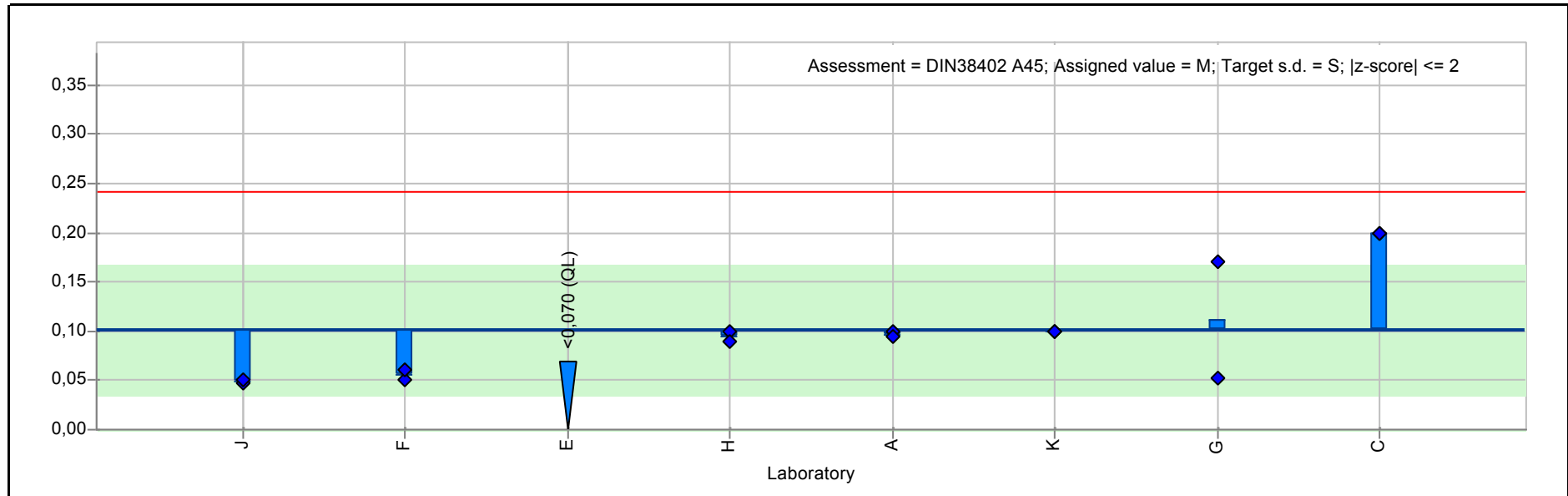


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,059	0,004	0,5		0,056	0,062			
B									
C	0,040	0,000	-0,5		0,040	0,040			
E	0,056	0,008	0,4		0,051	0,062			
F	0,055	0,007	0,3		0,050	0,060			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,048	0,014	-0,1		0,058	0,038			
H					<0,010	<0,010			
I									
J	0,066	0,018	0,9		0,053	0,079			
K	0,020	0,000	-1,6		0,020	0,020			

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,070
Measurand	Natriumoxid	Repeat. s.d	0,008
Sample ± U(Mean): 0,101 ± 0,066		Range of tolerance: -0,039 - 0,241 (z-score <= 2,0)	
No. of laboratories:	7	Sample	DIN 38402 A45
Sample	0,101 (Empirical value)	Sample	0,070 (Empirical value)



Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,097	0,004	-0,1		0,100	0,094			
B									
C	0,200	0,000	1,4		0,200	0,200			
E					<0,070	<0,070			
F	0,055	0,007	-0,7		0,050	0,060			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,112	0,083	0,1		0,170	0,053			
H	0,095	0,007	-0,1		0,100	0,090			
I									
J	0,050	0,002	-0,7		0,048	0,051			
K	0,100	0,000	0,0		0,100	0,100			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,020	0,007	-0,5		0,025	0,015			
H	0,010	0,000	-1,4		0,010	0,010			
I									
J	0,038	0,010	1,0		0,031	0,045			
K	0,030	0,000	0,3		0,030	0,030			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,082	0,002	-0,1		0,083	0,080			
H	0,070	0,000	-0,7		0,070	0,070			
I									
J									
K									

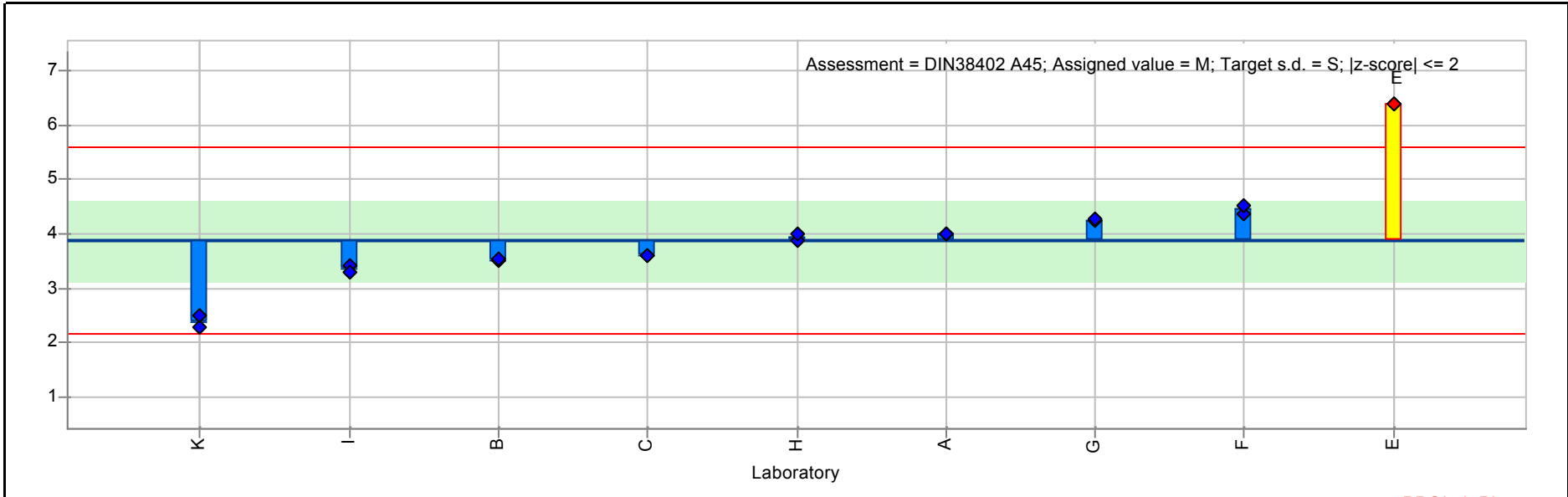
2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	2,015	0,049	-0,5		1,980	2,050			
H	1,800	0,000	-1,2		1,800	1,800			
I	2,350	0,000	0,6		2,350	2,350			
J									
K	1,950	0,212	-0,7		1,800	2,100			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	11,860	0,042	0,2		11,890	11,830			
H	12,500	0,000	1,4		12,500	12,500			
I									
J	11,987	0,048	0,5		11,953	12,021			
K	10,400	0,141	-2,3	E	10,300	10,500			

Sample SiC10 **Reprod. s.d.** 0,866
Measurand Siliciumcarbid **Repeat. s.d** 0,084
Sample ± U(Mean): 3,874 ± 0,722 **Range of tolerance:** 2,142 - 5,606 ($|z\text{-score}| \leq 2,0$)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 3,874 (Empirical value) **Sample** 0,866 (Empirical value)

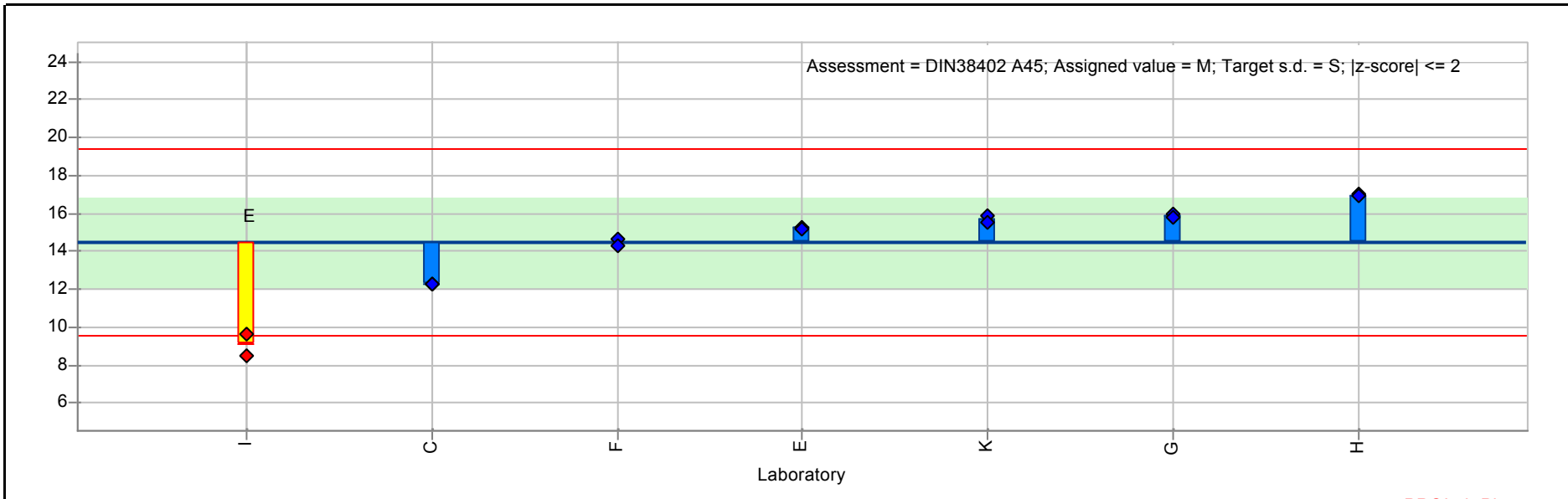


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	4,010	0,000	0,2		4,010	4,010			
B	3,520	0,028	-0,4		3,500	3,540			
C	3,600	0,000	-0,3		3,600	3,600			
E	6,400	0,000	2,9	E	6,400	6,400			
F	4,445	0,120	0,7		4,360	4,530			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	4,250	0,028	0,4		4,230	4,270			
H	3,945	0,092	0,1		3,880	4,010			
I	3,350	0,071	-0,6		3,400	3,300			
J									
K	2,385	0,134	-1,7		2,290	2,480			

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	2,485
Measurand	Silicium(IV)-oxid	Repeat. s.d	0,219
Sample ± U(Mean):	14,474 ± 2,349	Range of tolerance:	9,503 - 19,444 (z-score <= 2,0)
No. of laboratories:	7	Sample	DIN 38402 A45
Sample	14,474 (Empirical value)	Sample	2,485 (Empirical value)

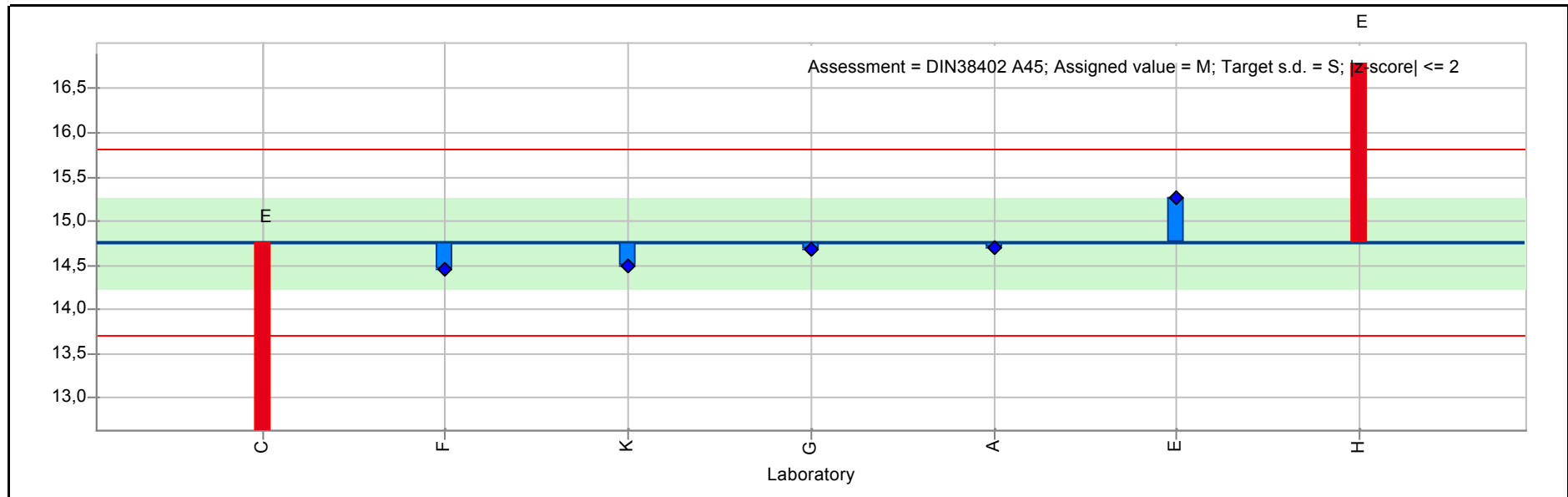


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	12,300	0,000	-0,9		12,300	12,300			
E	15,250	0,071	0,3		15,300	15,200			
F	14,475	0,205	0,0		14,620	14,330			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	15,900	0,141	0,6		16,000	15,800			
H	16,950	0,071	1,0		17,000	16,900			
I	9,070	0,778	-2,2	E	9,620	8,520			
J									
K	15,695	0,233	0,5		15,860	15,530			

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,532
Measurand	Silicium(IV)-oxid berechnet	Repeat. s.d	not available
Sample ± U(Mean):	14,757 ± 0,503	Range of tolerance:	13,692 - 15,821 (z-score <= 2,0)
No. of laboratories:	7	Sample	DIN 38402 A45
Sample	14,757 (Empirical value)	Sample	0,532 (Empirical value)

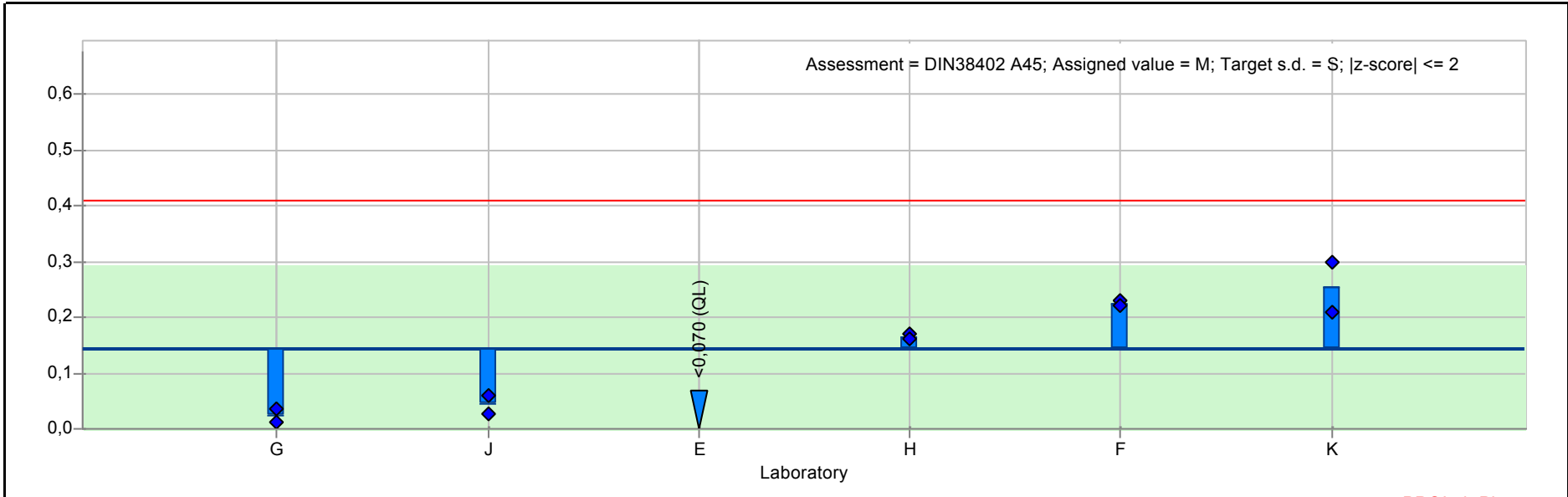


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	14,704		-0,1		14,704				
B									
C	12,240		-4,7	E	12,240				
E	15,264		1,0		15,264				
F	14,457		-0,6		14,457				

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	14,675		-0,2		14,675				
H	16,963		4,1	E	16,963				
I									
J									
K	14,493		-0,5		14,493				

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,133
Measurand	Schwefel(VI)-oxid	Repeat. s.d.	0,023
Sample ± U(Mean): 0,143 ± 0,149		Range of tolerance: -0,124 - 0,409 (z-score ≤ 2,0)	
No. of laboratories: 5		Sample	DIN 38402 A45
Sample	0,143 (Empirical value)	Sample	0,133 (Empirical value)

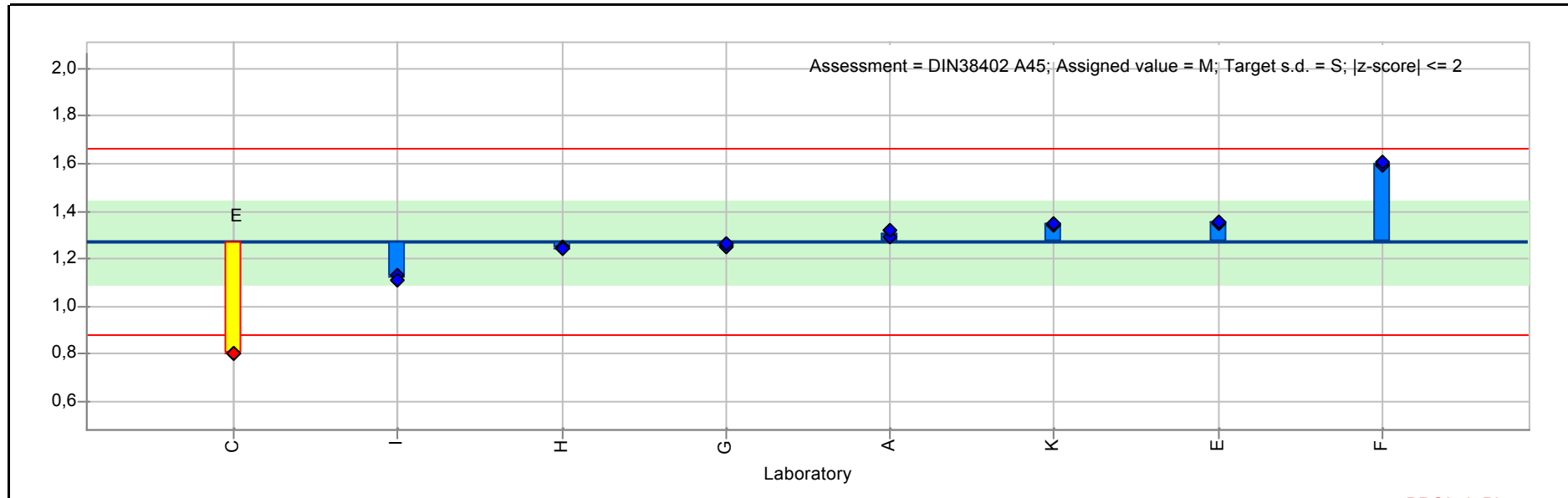


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C									
E					<0,070	<0,070			
F	0,225	0,007	0,6		0,230	0,220			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,024	0,016	-0,9		0,035	0,013			
H	0,165	0,007	0,2		0,170	0,160			
I									
J	0,044	0,024	-0,7		0,027	0,061			
K	0,255	0,064	0,8		0,300	0,210			

Sample SiC10 **Reprod. s.d.** 0,198
Measurand Titan(IV)-oxid **Repeat. s.d** 0,013
Sample ± U(Mean): 1,270 ± 0,175 **Range of tolerance:** 0,874 - 1,667 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 1,270 (Empirical value) **Sample** 0,198 (Empirical value)

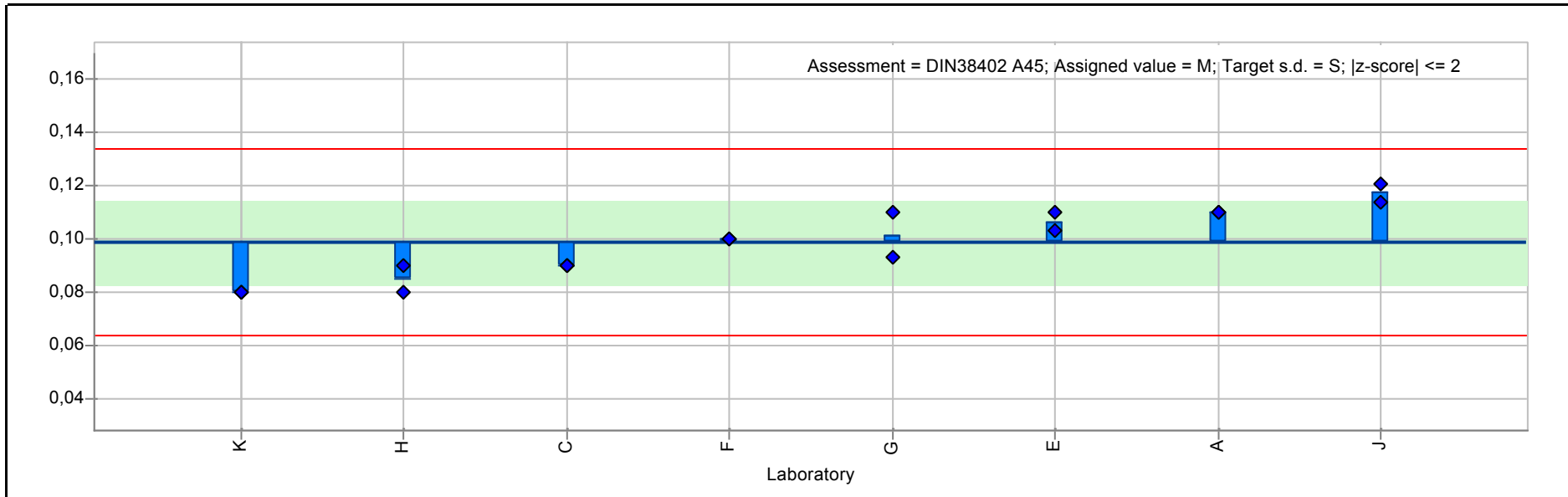


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,305	0,021	0,2		1,290	1,320			
B									
C	0,800	0,000	-2,4	E	0,800	0,800			
E	1,353	0,002	0,4		1,351	1,354			
F	1,600	0,014	1,7		1,590	1,610			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	1,255	0,007	-0,1		1,250	1,260			
H	1,245	0,007	-0,1		1,250	1,240			
I	1,120	0,013	-0,8		1,129	1,111			
J									
K	1,345	0,007	0,4		1,340	1,350			

Sample	SiC10	Reprod. s.d.	0,018
Measurand	Zirkonium(IV)-oxid	Repeat. s.d	0,005
Sample ± U(Mean):	0,099 ± 0,016	Range of tolerance:	0,063 - 0,134 (z-score ≤ 2,0)
No. of laboratories:	8	Sample	DIN 38402 A45
Sample	0,099 (Empirical value)	Sample	0,018 (Empirical value)

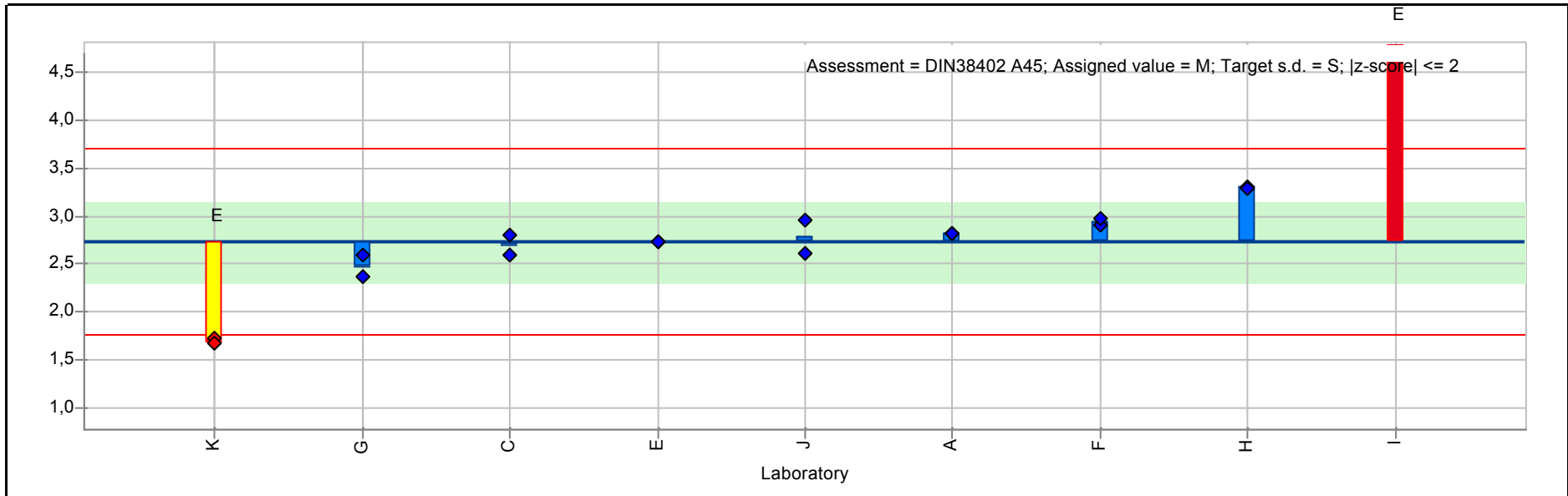


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,110	0,000	0,6		0,110	0,110			
B									
C	0,090	0,000	-0,5		0,090	0,090			
E	0,106	0,005	0,4		0,103	0,110			
F	0,100	0,000	0,1		0,100	0,100			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,102	0,012	0,2		0,110	0,093			
H	0,085	0,007	-0,8		0,080	0,090			
I									
J	0,117	0,005	1,1		0,114	0,121			
K	0,080	0,000	-1,1		0,080	0,080			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,488
Measurand Aluminiumoxid **Repeat. s.d** 0,125
Sample ± U(Mean): 2,733 ± 0,407 **Range of tolerance:** 1,756 - 3,709 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 2,733 (Empirical value) **Sample** 0,488 (Empirical value)

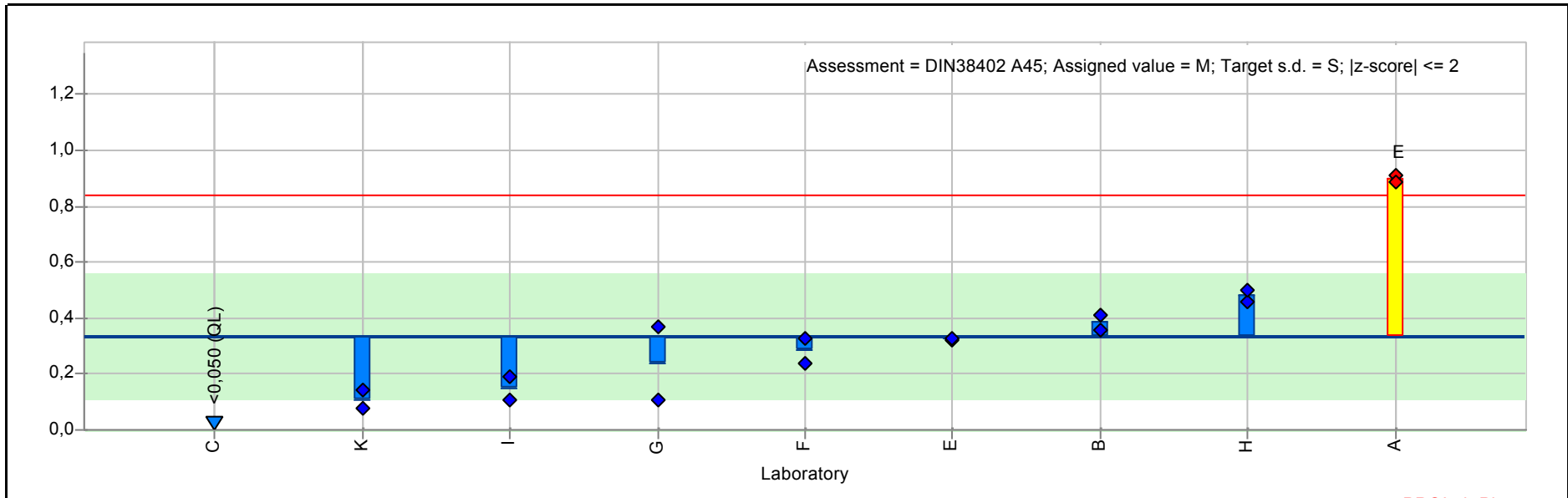


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	2,820	0,000	0,2		2,820	2,820			
B									
C	2,700	0,141	-0,1		2,600	2,800			
E	2,735	0,007	0,0		2,740	2,730			
F	2,935	0,049	0,4		2,900	2,970			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	2,480	0,156	-0,5		2,590	2,370			
H	3,300	0,014	1,2		3,310	3,290			
I	4,828	0,203	4,3	E	4,684	4,971			
J	2,788	0,238	0,1		2,956	2,620			
K	1,700	0,042	-2,1	E	1,730	1,670			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,252
Measurand Kohlenstoff, frei **Repeat. s.d.** 0,058
Sample ± U(Mean): 0,336 ± 0,223 **Range of tolerance:** -0,168 - 0,841 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,336 (Empirical value) **Sample** 0,252 (Empirical value)

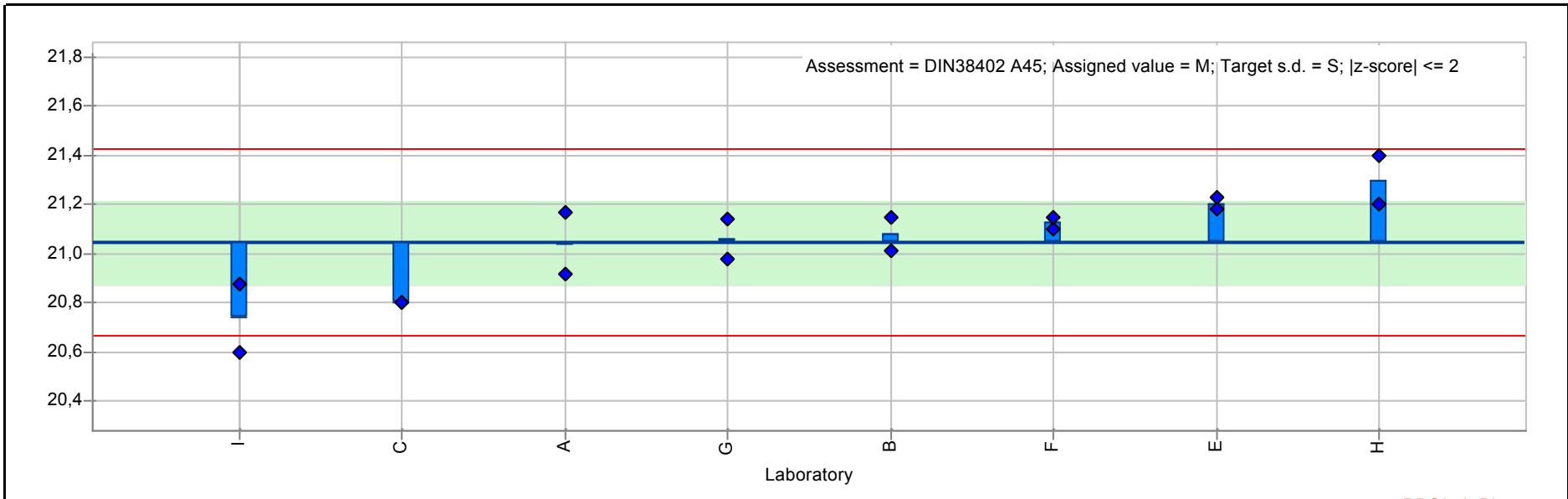


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,898	0,015	2,2	E	0,908	0,887			
B	0,385	0,035	0,2		0,410	0,360			
C					<0,050	<0,050			
E	0,325	0,007	0,0		0,320	0,330			
F	0,285	0,064	-0,2		0,240	0,330			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,240	0,184	-0,4		0,370	0,110			
H	0,480	0,028	0,6		0,460	0,500			
I	0,150	0,057	-0,7		0,110	0,190			
J									
K	0,110	0,042	-0,9		0,140	0,080			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,192
Measurand Kohlenstoff, gesamt **Repeat. s.d** 0,146
Sample ± U(Mean): 21,046 ± 0,169 **Range of tolerance:** 20,663 - 21,430 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 21,046 (Empirical value) **Sample** 0,192 (Empirical value)

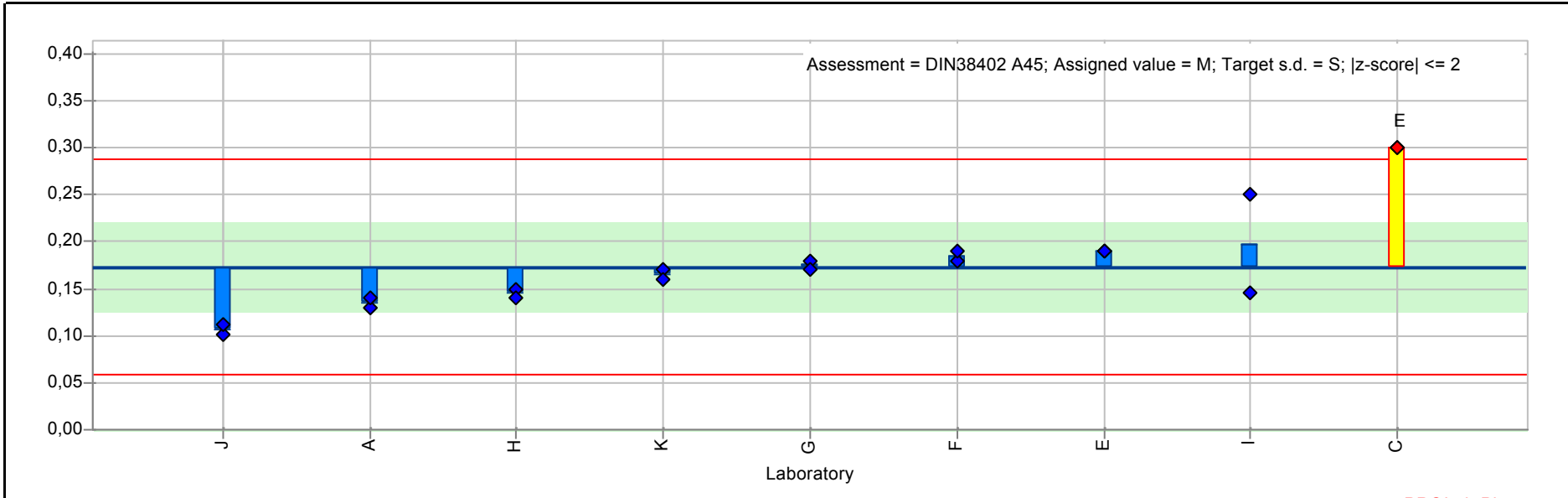


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	21,043	0,177	0,0		20,917	21,168			
B	21,080	0,099	0,2		21,150	21,010			
C	20,800	0,000	-1,3		20,800	20,800			
E	21,205	0,035	0,8		21,230	21,180			
F	21,125	0,035	0,4		21,100	21,150			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	21,060	0,113	0,1		21,140	20,980			
H	21,300	0,141	1,3		21,200	21,400			
I	20,740	0,198	-1,6		20,880	20,600			
J									
K					<0,000	<0,000			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,057
Measurand Calciumoxid **Repeat. s.d** 0,008
Sample ± U(Mean): 0,173 ± 0,048 **Range of tolerance:** 0,059 - 0,287 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,173 (Empirical value) **Sample** 0,057 (Empirical value)

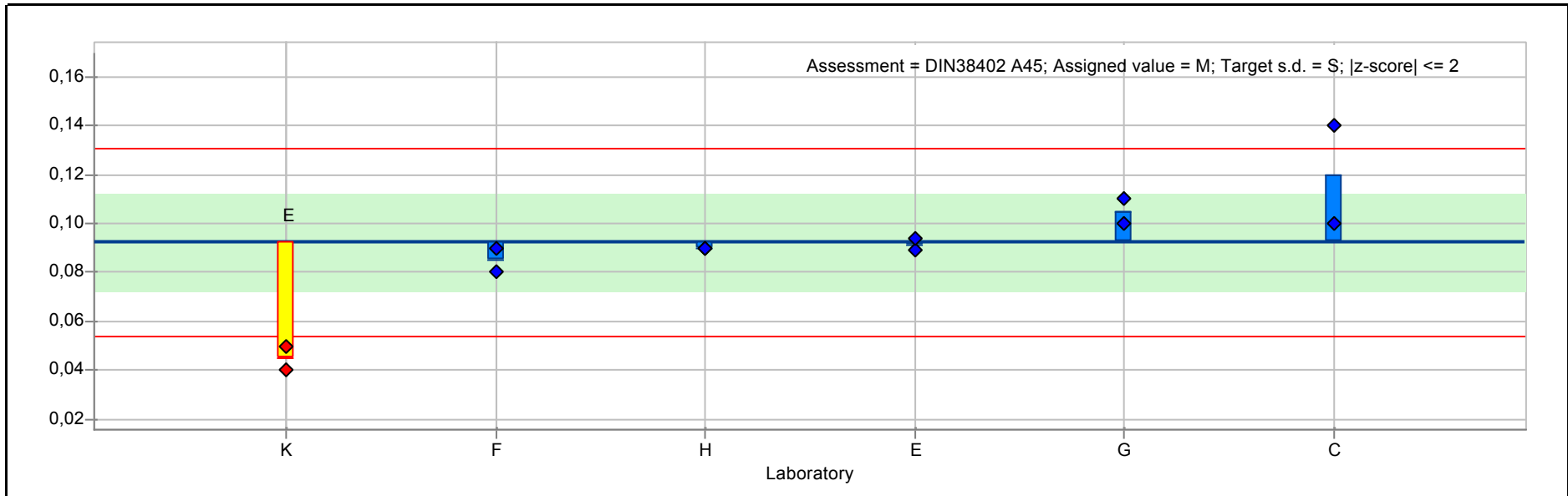


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,135	0,007	-0,7		0,130	0,140			
B									
C	0,300	0,000	2,2	E	0,300	0,300			
E	0,190	0,000	0,3		0,190	0,190			
F	0,185	0,007	0,2		0,180	0,190			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,175	0,007	0,0		0,180	0,170			
H	0,145	0,007	-0,5		0,150	0,140			
I	0,198	0,075	0,4		0,145	0,251			
J	0,107	0,008	-1,2		0,101	0,112			
K	0,165	0,007	-0,1		0,170	0,160			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,019
Measurand Chrom(III)-oxid **Repeat. s.d** 0,009
Sample ± U(Mean): 0,093 ± 0,020 **Range of tolerance:** 0,054 - 0,131 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 6 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,093 (Empirical value) **Sample** 0,019 (Empirical value)

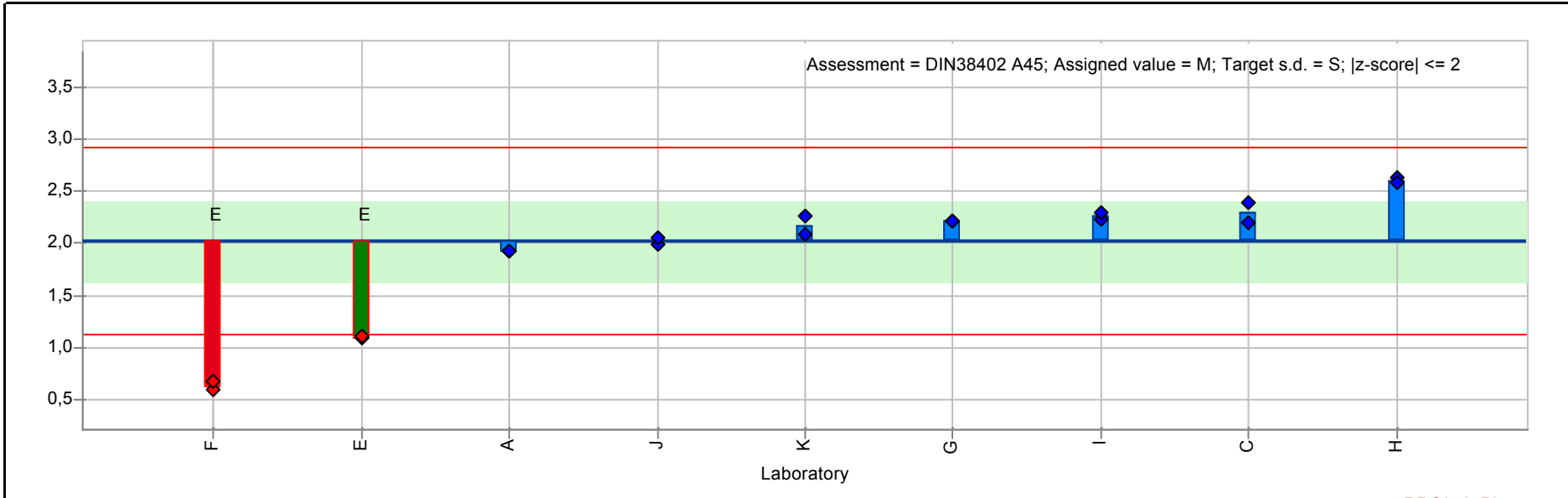


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,120	0,028	1,4		0,100	0,140			
E	0,091	0,004	-0,1		0,089	0,094			
F	0,085	0,007	-0,4		0,080	0,090			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,105	0,007	0,6		0,110	0,100			
H	0,090	0,000	-0,1		0,090	0,090			
I									
J									
K	0,045	0,007	-2,5	E	0,050	0,040			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,455
Measurand Eisen(III)-oxid **Repeat. s.d** 0,058
Sample ± U(Mean): 2,024 ± 0,379 **Range of tolerance:** 1,114 - 2,934 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 2,024 (Empirical value) **Sample** 0,455 (Empirical value)

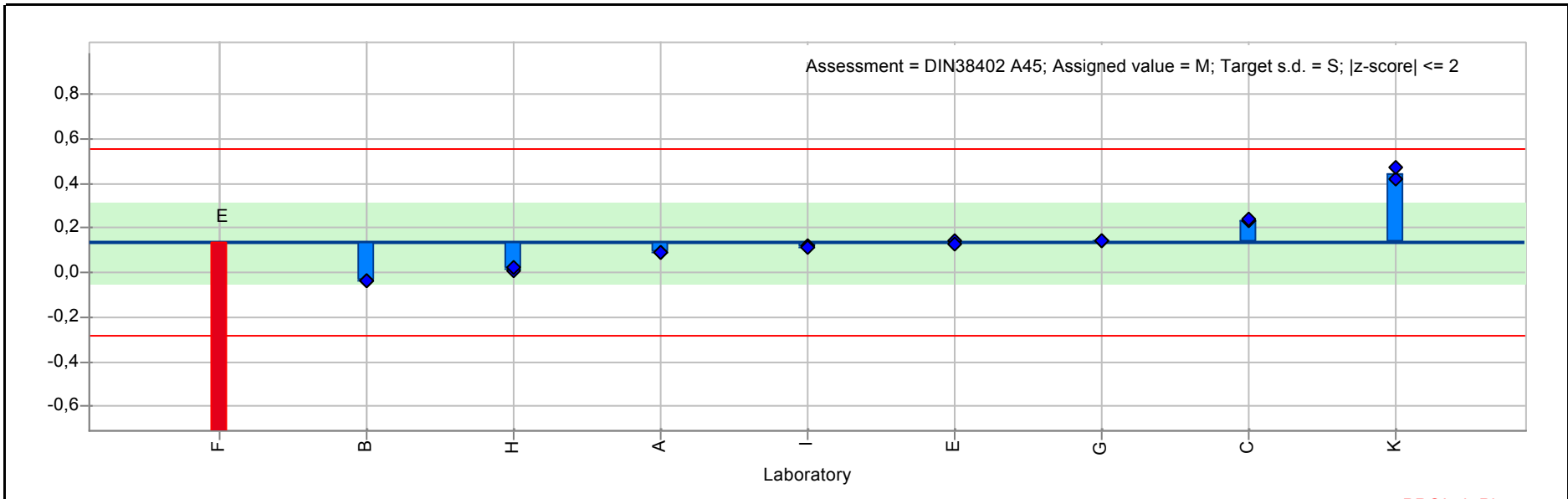


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	1,920	0,000	-0,2		1,920	1,920			
B									
C	2,300	0,141	0,6		2,200	2,400			
E	1,095	0,007	-2,0	E	1,090	1,100			
F	0,630	0,057	-3,1	E	0,590	0,670			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	2,215	0,007	0,4		2,220	2,210			
H	2,610	0,042	1,3		2,640	2,580			
I	2,261	0,045	0,5		2,230	2,293			
J	2,022	0,044	0,0		1,991	2,053			
K	2,175	0,120	0,3		2,090	2,260			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,212
Measurand Glühverlust (750°C) **Repeat. s.d.** 0,007
Sample ± U(Mean): 0,136 ± 0,176 **Range of tolerance:** -0,287 - 0,559 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,136 (Empirical value) **Sample** 0,212 (Empirical value)

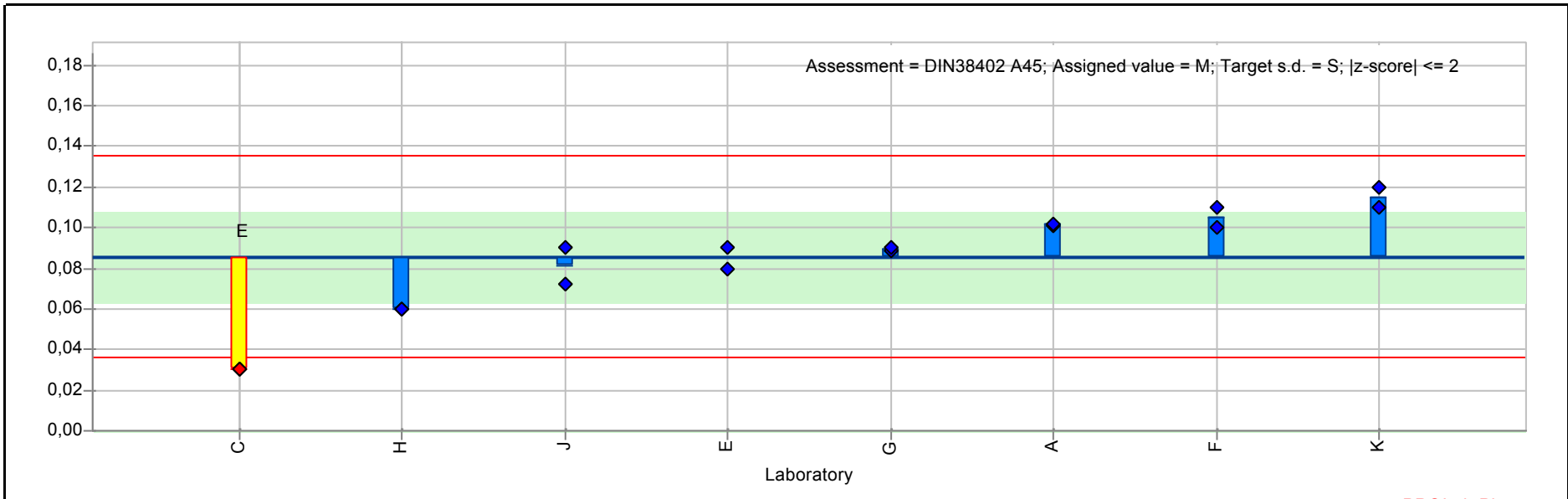


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,090	0,000	-0,2		0,090	0,090			
B	-0,040	0,000	-0,8		-0,040	-0,040			
C	0,235	0,007	0,5		0,230	0,240			
E	0,135	0,007	0,0		0,140	0,130			
F	-0,768	0,004	-4,3	E	-0,765	-0,770			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,140	0,000	0,0		0,140	0,140			
H	0,015	0,007	-0,6		0,010	0,020			
I	0,116	0,004	-0,1		0,119	0,113			
J									
K	0,445	0,035	1,5		0,420	0,470			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,025
Measurand Kaliumoxid **Repeat. s.d** 0,006
Sample ± U(Mean): 0,086 ± 0,022 **Range of tolerance:** 0,036 - 0,136 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,086 (Empirical value) **Sample** 0,025 (Empirical value)

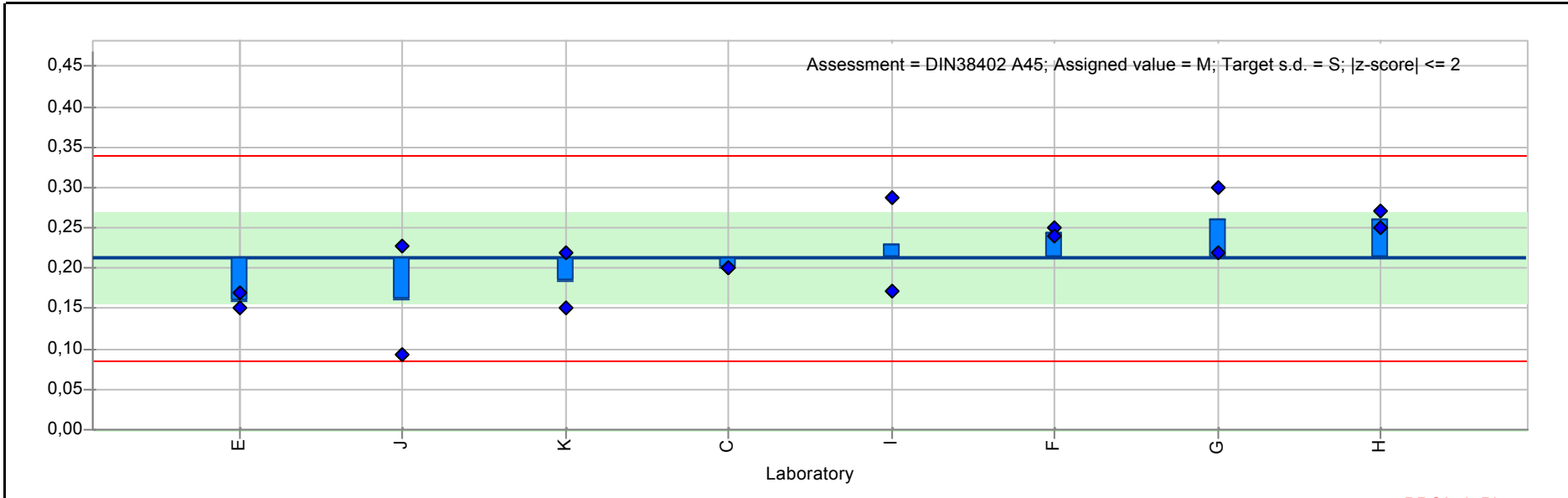


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,102	0,001	0,6		0,101	0,102			
B									
C	0,030	0,000	-2,2	E	0,030	0,030			
E	0,085	0,007	0,0		0,090	0,080			
F	0,105	0,007	0,8		0,110	0,100			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,089	0,001	0,2		0,089	0,090			
H	0,060	0,000	-1,0		0,060	0,060			
I									
J	0,081	0,013	-0,2		0,090	0,072			
K	0,115	0,007	1,2		0,110	0,120			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,064
Measurand Magnesiumoxid **Repeat. s.d.** 0,064
Sample ± U(Mean): 0,213 ± 0,056 **Range of tolerance:** 0,085 - 0,340 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,213 (Empirical value) **Sample** 0,064 (Empirical value)

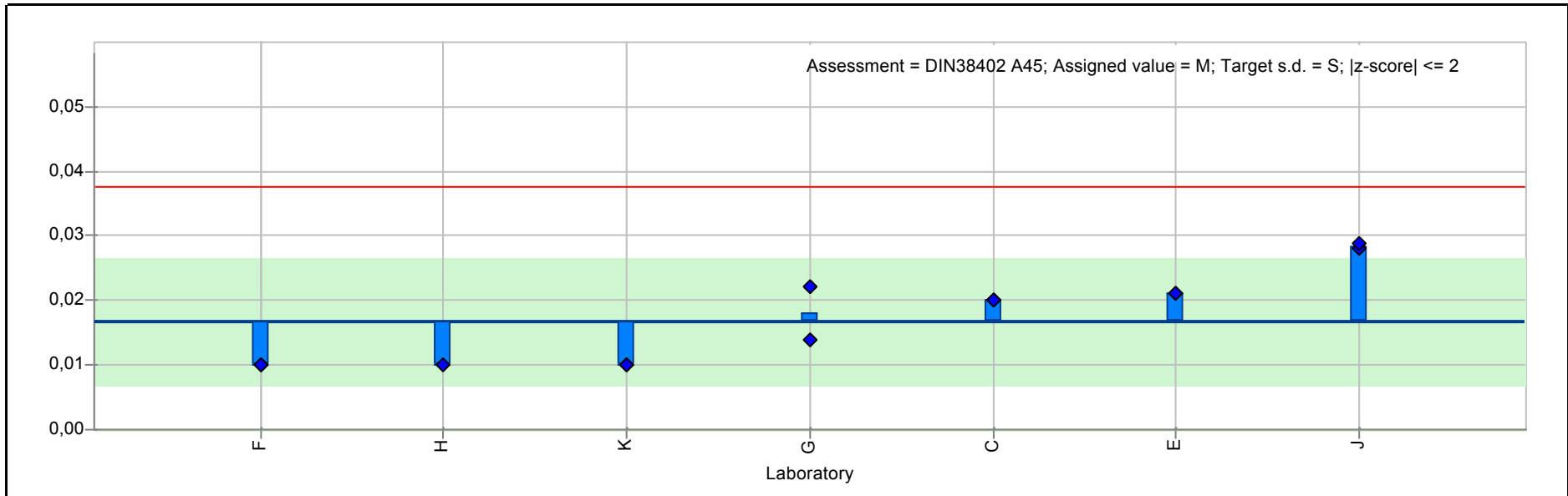


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,200	0,000	-0,2		0,200	0,200			
E	0,160	0,014	-0,8		0,150	0,170			
F	0,245	0,007	0,5		0,250	0,240			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,260	0,057	0,7		0,220	0,300			
H	0,260	0,014	0,7		0,270	0,250			
I	0,230	0,082	0,3		0,172	0,288			
J	0,161	0,095	-0,8		0,093	0,228			
K	0,185	0,049	-0,4		0,220	0,150			

Sample **SiC65** **Reprod. s.d.** **0,010**
Measurand **Mangan(III)-oxid** **Repeat. s.d.** **0,000**
Sample ± U(Mean): **0,017 ± 0,010** **Range of tolerance:** **-0,004 - 0,037 (|z-score| ≤ 2,0)**
No. of laboratories: **7** **Sample** **DIN 38402 A45**
Sample **0,017 (Empirical value)** **Sample** **0,010 (Empirical value)**

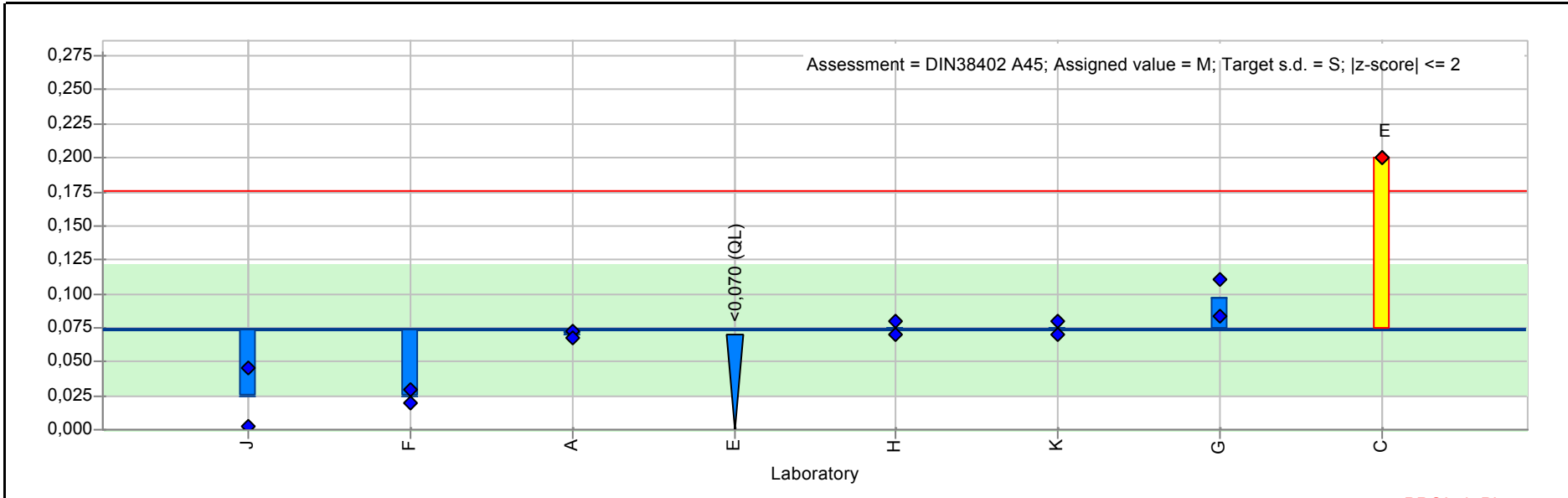


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,020	0,000	0,3		0,020	0,020			
E	0,021	0,000	0,4		0,021	0,021			
F	0,010	0,000	-0,7		0,010	0,010			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,018	0,006	0,1		0,014	0,022			
H	0,010		-0,7		<0,010	0,010			
I									
J	0,028	0,001	1,1		0,028	0,029			
K	0,010	0,000	-0,7		0,010	0,010			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,051
Measurand Natriumoxid **Repeat. s.d** 0,009
Sample ± U(Mean): 0,074 ± 0,048 **Range of tolerance:** -0,028 - 0,176 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 7 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,074 (Empirical value) **Sample** 0,051 (Empirical value)

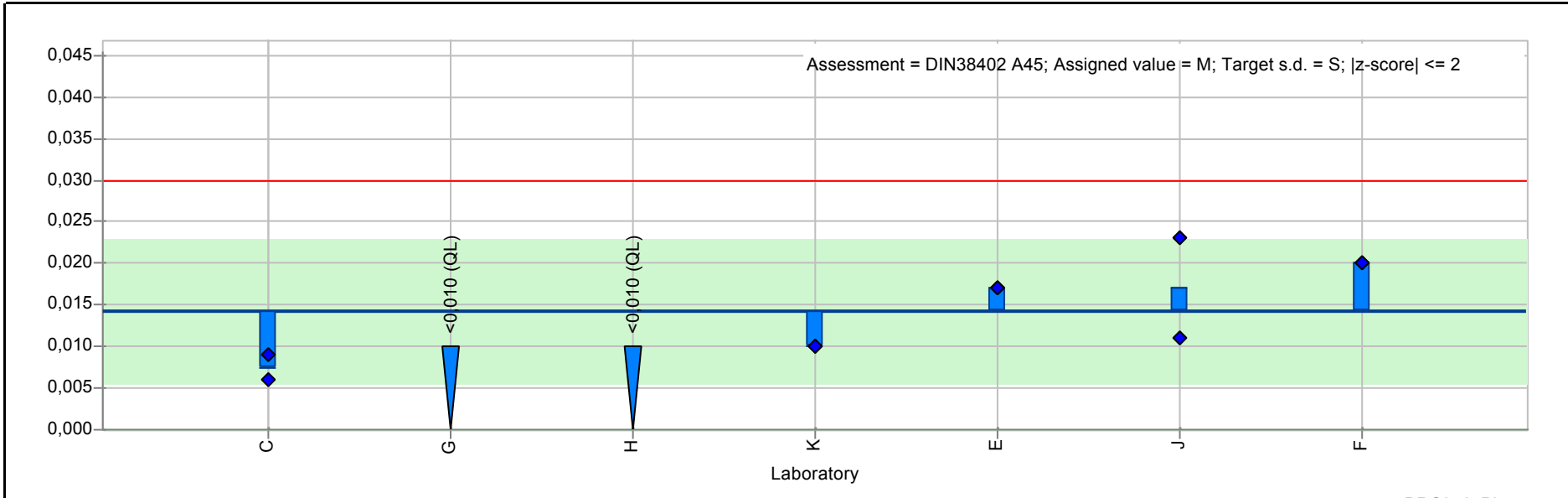


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,070	0,004	-0,1		0,073	0,067			
B									
C	0,200	0,000	2,5	E	0,200	0,200			
E					<0,070	<0,070			
F	0,025	0,007	-1,0		0,030	0,020			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,097	0,018	0,5		0,110	0,084			
H	0,075	0,007	0,0		0,070	0,080			
I									
J	0,024	0,031	-1,0		0,002	0,046			
K	0,075	0,007	0,0		0,080	0,070			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,008
Measurand Phosphor(V)-oxid **Repeat. s.d.** 0,002
Sample ± U(Mean): 0,014 ± 0,009 **Range of tolerance:** -0,001 - 0,030 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 5 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,014 (Empirical value) **Sample** 0,008 (Empirical value)

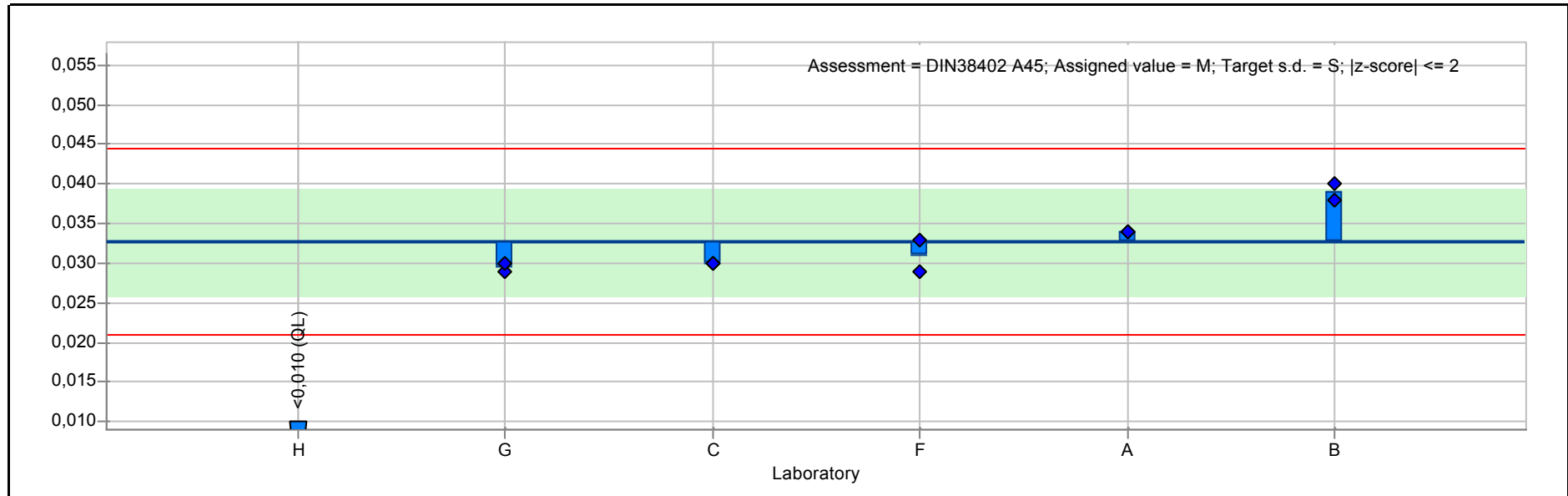


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,007	0,002	-0,9		0,009	0,006			
E	0,017	0,000	0,3		0,017	0,017			
F	0,020	0,000	0,7		0,020	0,020			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G					<0,010	<0,010			
H					<0,010	<0,010			
I									
J	0,017	0,008	0,3		0,023	0,011			
K	0,010	0,000	-0,6		0,010	0,010			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,006
Measurand Schwefel, gesamt **Repeat. s.d** 0,001
Sample ± U(Mean): 0,033 ± 0,007 **Range of tolerance:** 0,021 - 0,045 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 5 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,033 (Empirical value) **Sample** 0,006 (Empirical value)

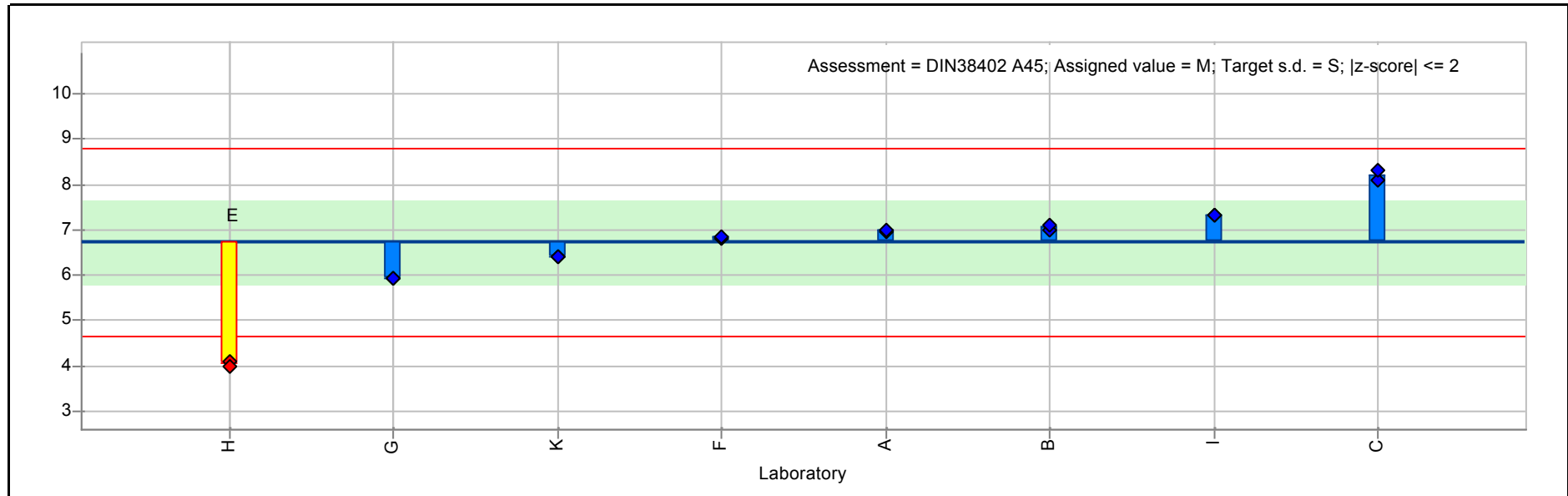


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	0,034	0,000	0,2		0,034	0,034			
B	0,039	0,001	1,1		0,038	0,040			
C	0,030	0,000	-0,5		0,030	0,030			
E									
F	0,031	0,003	-0,3		0,033	0,029			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,029	0,001	-0,5		0,029	0,030			
H					<0,010	<0,010			
I									
J									
K					<0,000	<0,000			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 1,034
Measurand Silicium, frei **Repeat. s.d** 0,055
Sample ± U(Mean): 6,738 ± 0,914 **Range of tolerance:** 4,669 - 8,806 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 6,738 (Empirical value) **Sample** 1,034 (Empirical value)



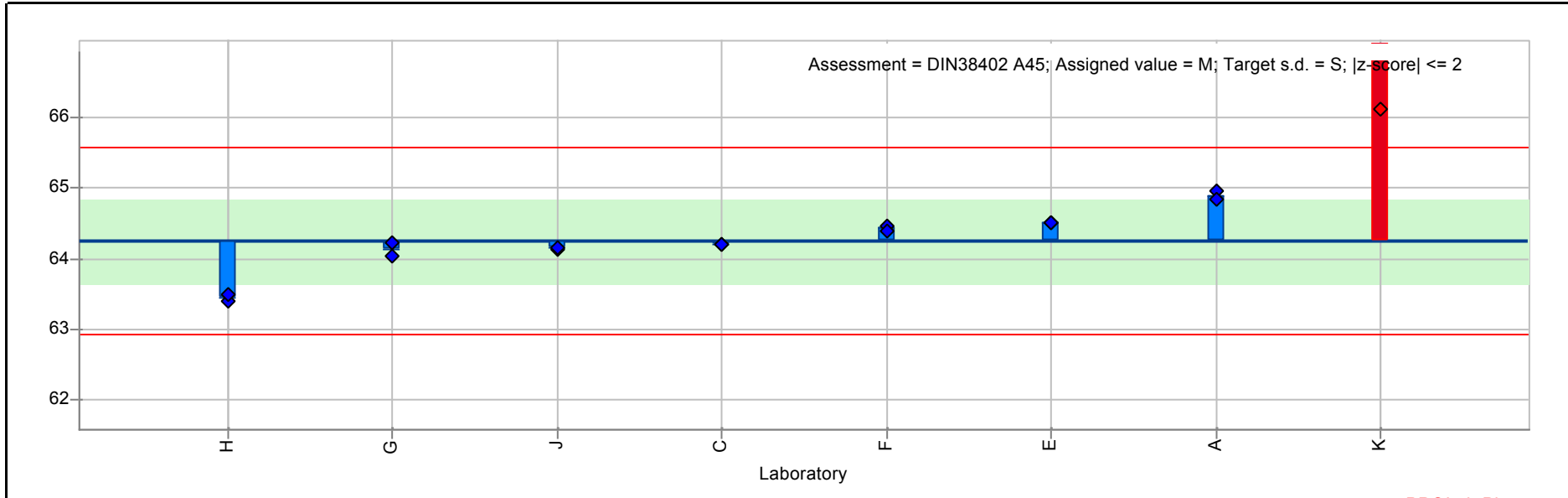
Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	6,980	0,014	0,2		6,970	6,990			
B	7,050	0,071	0,3		7,000	7,100			
C	8,200	0,141	1,4		8,100	8,300			
E									
F	6,830	0,042	0,1		6,800	6,860			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	5,940	0,014	-0,8		5,950	5,930			
H	4,050	0,071	-2,6	E	4,100	4,000			
I	7,315	0,007	0,6		7,320	7,310			
J									
K	6,400	0,000	-0,3		6,400	6,400			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,666
Measurand Silicium, gesamt **Repeat. s.d.** 0,088
Sample ± U(Mean): 64,248 ± 0,588 **Range of tolerance:** 62,917 - 65,580 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 8 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 64,248 (Empirical value) **Sample** 0,666 (Empirical value)

E

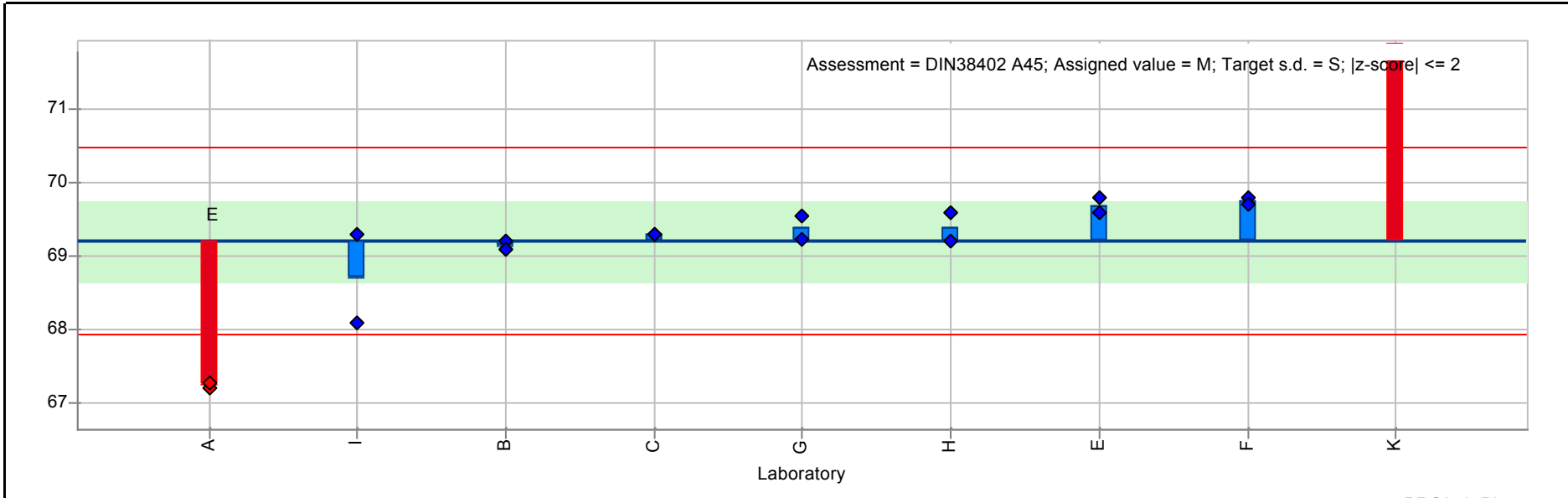


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	64,890	0,085	1,0		64,950	64,830			
B									
C	64,200	0,000	-0,1		64,200	64,200			
E	64,500	0,000	0,4		64,500	64,500			
F	64,430	0,057	0,3		64,470	64,390			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	64,125	0,134	-0,2		64,030	64,220			
H	63,450	0,071	-1,2		63,400	63,500			
I									
J	64,142	0,025	-0,2		64,125	64,160			
K	67,950	2,616	5,6	E	69,800	66,100			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,643
Measurand Siliciumcarbid **Repeat. s.d.** 0,148
Sample ± U(Mean): 69,211 ± 0,536 **Range of tolerance:** 67,924 - 70,497 (|z-score| <= 2,0)
No. of laboratories: 9 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 69,211 (Empirical value) **Sample** 0,643 (Empirical value)

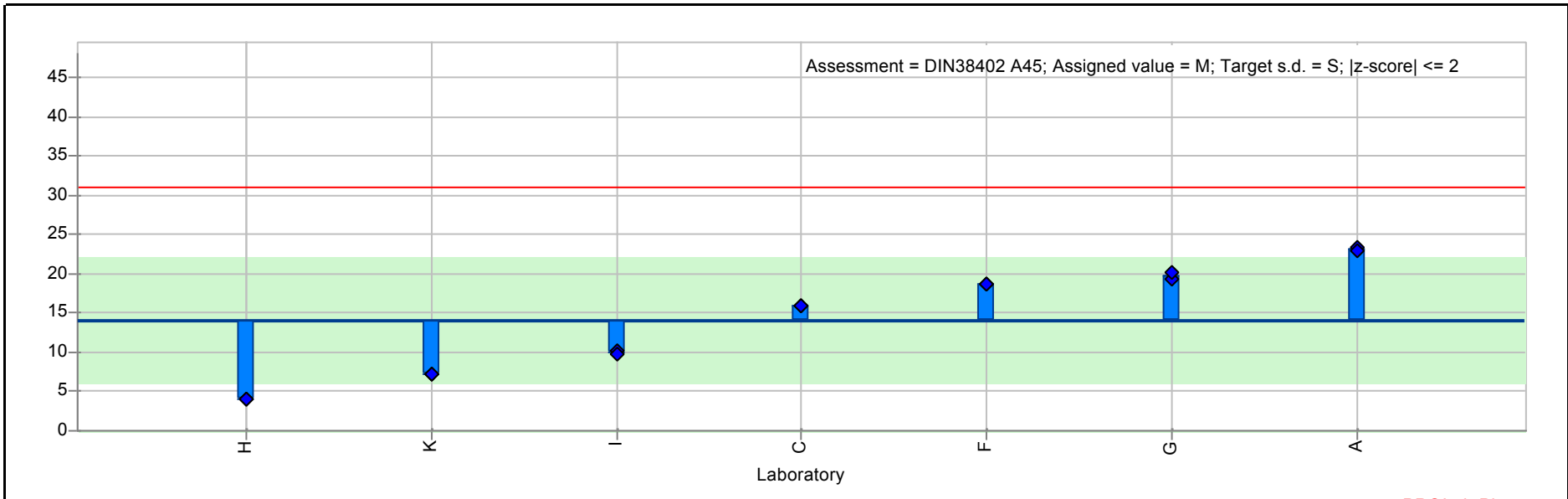


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	67,245	0,049	-3,1	E	67,210	67,280			
B	69,150	0,071	-0,1		69,200	69,100			
C	69,300	0,000	0,1		69,300	69,300			
E	69,700	0,141	0,8		69,800	69,600			
F	69,760	0,071	0,9		69,810	69,710			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	69,395	0,233	0,3		69,230	69,560			
H	69,400	0,283	0,3		69,200	69,600			
I	68,700	0,849	-0,8		69,300	68,100			
J									
K	78,910	0,085	15,1	E	78,850	78,970			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 8,477
Measurand Silicium(IV)-oxid **Repeat. s.d.** 0,307
Sample ± U(Mean): 14,108 ± 8,010 **Range of tolerance:** -2,846 - 31,062 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 7 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 14,108 (Empirical value) **Sample** 8,477 (Empirical value)

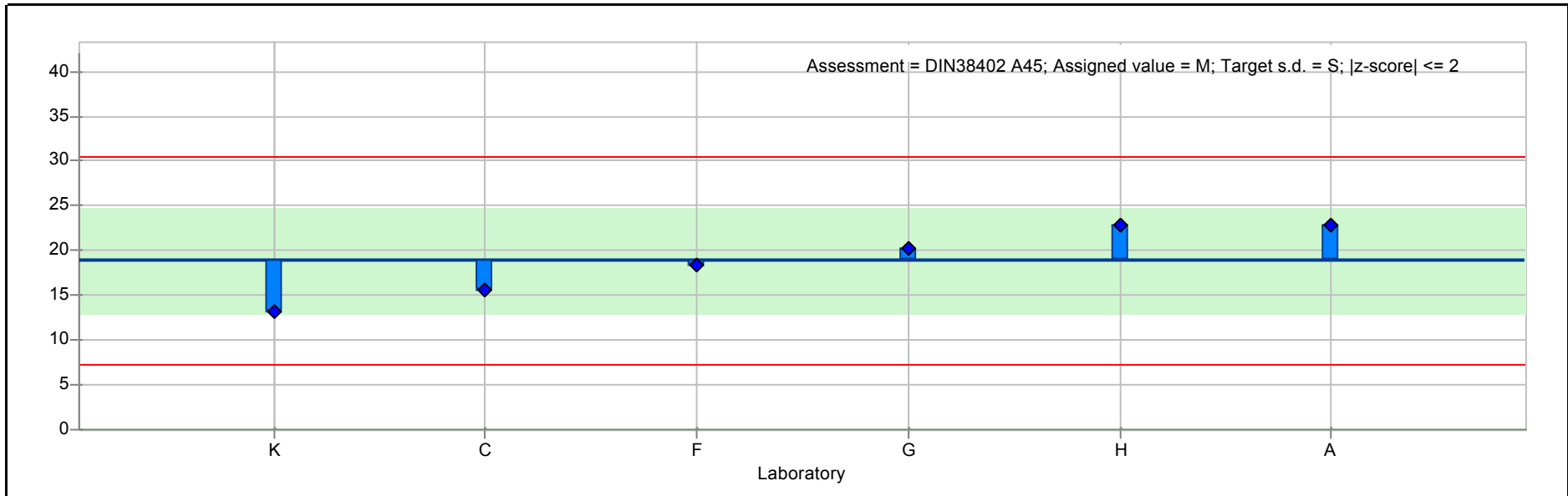


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	23,120	0,283	1,1		23,320	22,920			
B									
C	16,000	0,000	0,2		16,000	16,000			
E									
F	18,695	0,120	0,5		18,780	18,610			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	19,700	0,566	0,7		19,300	20,100			
H	4,000	0,000	-1,2		4,000	4,000			
I	9,965	0,332	-0,5		10,200	9,730			
J									
K	7,275	0,035	-0,8		7,300	7,250			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 5,779
Measurand Silicium(IV)-oxid berechnet **Repeat. s.d.** not available
Sample ± U(Mean): 18,847 ± 5,898 **Range of tolerance:** 7,289 - 30,405 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 6 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 18,847 (Empirical value) **Sample** 5,779 (Empirical value)

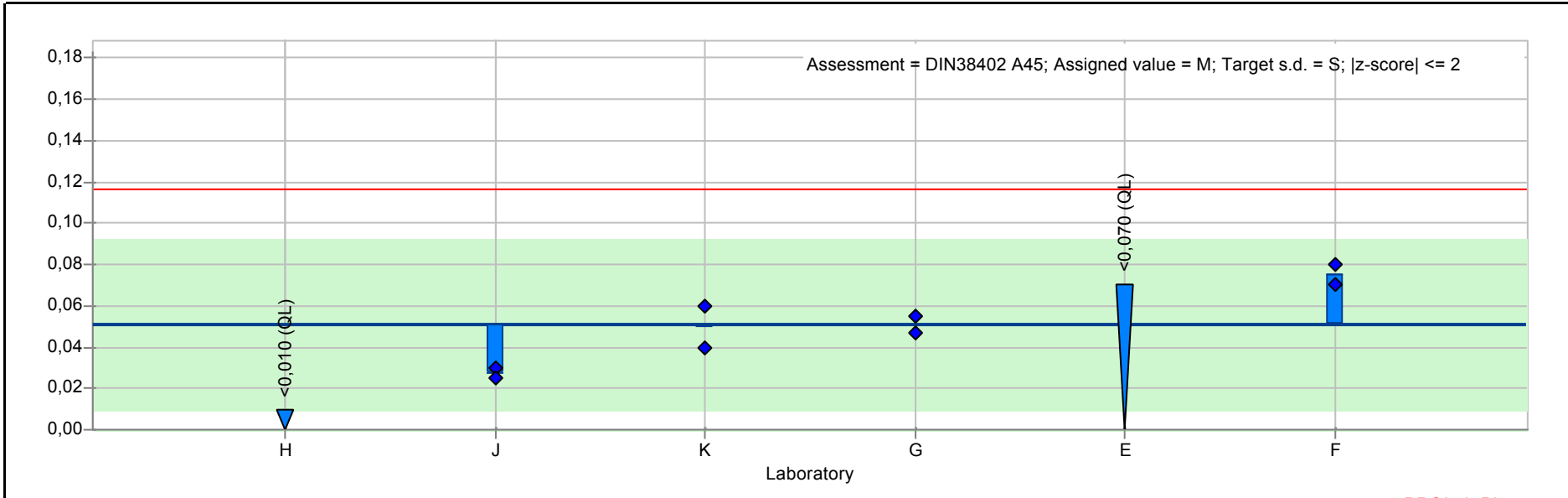


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A	22,855		0,7		22,855				
B									
C	15,682		-0,5		15,682				
E									
F	18,413		-0,1		18,413				

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	20,213		0,2		20,213				
H	22,805		0,7		22,805				
I									
J									
K	13,117		-1,0		13,117				

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,033
Measurand Schwefel(VI)-oxid **Repeat. s.d** 0,009
Sample ± U(Mean): 0,051 ± 0,041 **Range of tolerance:** -0,015 - 0,117 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 4 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,051 (Empirical value) **Sample** 0,033 (Empirical value)

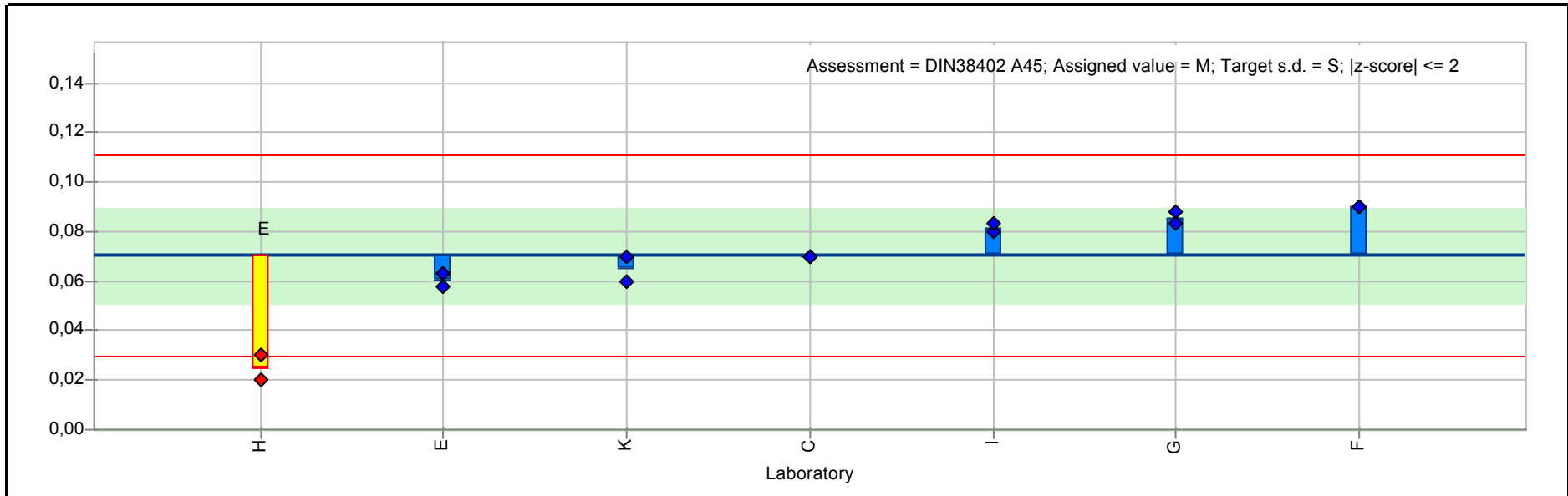


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C									
E					<0,070	<0,070			
F	0,075	0,007	0,7		0,080	0,070			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,051	0,006	0,0		0,047	0,055			
H					<0,010	<0,010			
I									
J	0,028	0,003	-0,7		0,030	0,025			
K	0,050	0,014	0,0		0,060	0,040			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,020
Measurand Titan(IV)-oxid **Repeat. s.d** 0,004
Sample ± U(Mean): 0,070 ± 0,019 **Range of tolerance:** 0,030 - 0,111 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 7 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,070 (Empirical value) **Sample** 0,020 (Empirical value)

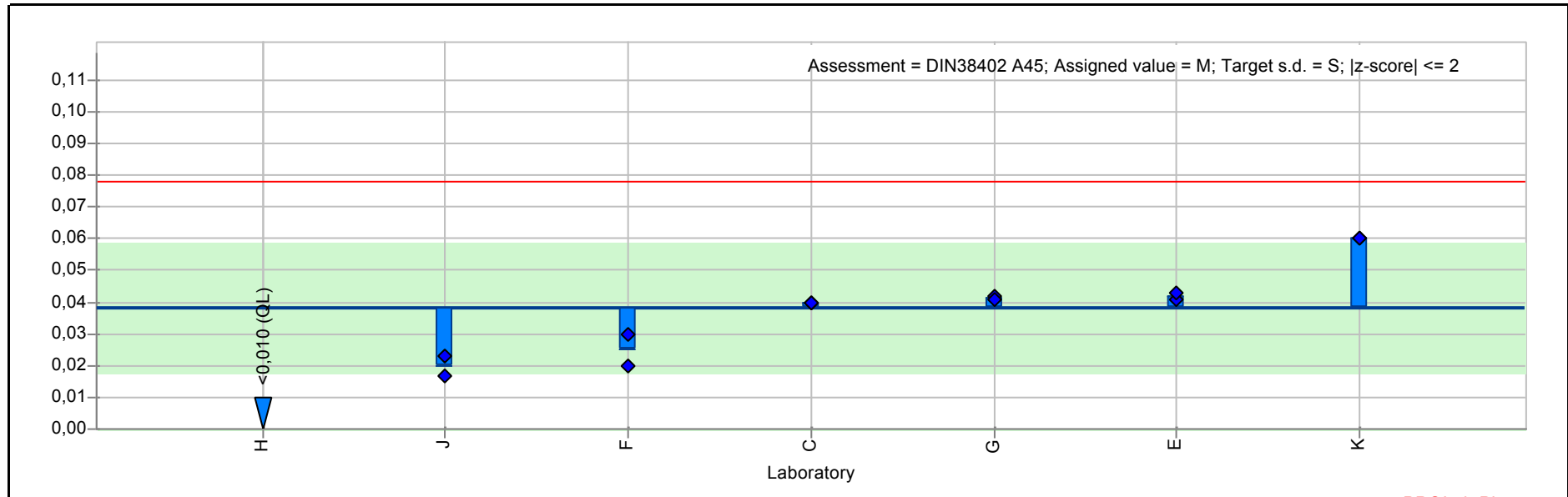


Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,070	0,000	0,0		0,070	0,070			
E	0,060	0,004	-0,5		0,058	0,063			
F	0,090	0,000	1,0		0,090	0,090			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,085	0,004	0,7		0,088	0,083			
H	0,025	0,007	-2,2	E	0,030	0,020			
I	0,082	0,002	0,5		0,080	0,083			
J									
K	0,065	0,007	-0,3		0,060	0,070			

Sample SiC65 **Reprod. s.d.** 0,020
Measurand Zirkonium(IV)-oxid **Repeat. s.d.** 0,003
Sample ± U(Mean): 0,038 ± 0,020 **Range of tolerance:** -0,002 - 0,078 (|z-score| ≤ 2,0)
No. of laboratories: 6 **Sample** DIN 38402 A45
Sample 0,038 (Empirical value) **Sample** 0,020 (Empirical value)



Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
A									
B									
C	0,040	0,000	0,1		0,040	0,040			
E	0,042	0,001	0,2		0,041	0,043			
F	0,025	0,007	-0,7		0,030	0,020			

2014 HUK SiC

Lab	Laboratory mean	s.d.	z-score	Outlier	Conc. 1	Conc. 2	Accreditation	Analytical method	Comment
G	0,042	0,001	0,2		0,042	0,041			
H					<0,010	<0,010			
I									
J	0,020	0,004	-0,9		0,017	0,023			
K	0,060	0,000	1,1		0,060	0,060			

HuK Umweltlabor GmbH · Otto-Hahn-Straße 2 · 57482 Wenden

An die Laborteilnehmer der
SiC Laborvergleichsmessung HuK 2014

Wenden-Hünsborn, 09.09.2014

Sehr geehrte Damen und Herren,

hiermit möchte ich Sie recht herzlich zur Abschlußbesprechung zur Laborvergleichsmessung 2014 nach Wenden-Hünsborn einladen.

In Anbetracht der interessanten Ergebnisse (und Erkenntnisse während des Ringversuches) ist bereits mehrfach der Wunsch zum persönlichen Austausch an mich herangetragen worden.

Um eine staufreie Anreise zu ermöglichen würde ich als Zeit 13:00 bis ca. 16:00h vorschlagen. Wir würden mit einem kleinen Mittagimbiss beginnen und dann die zur Verfügung gestellte Auswertung gemeinsam diskutieren. Eine Führung durch unser Labor ist selbstverständlich auch eingeplant.

Ich habe drei Terminvorschläge mit Herrn Dr. Schramm abgestimmt, da er ebenfalls teilnehmen würde, um die doch umfangreiche Statistik erläutern zu können.

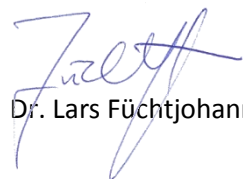
Bitte benutzen Sie (bis **spätestens zum 26. September**) den folgenden link, um Ihre Terminmöglichkeiten mitzuteilen.

<http://doodle.com/dm656nsui89q6323>

In Abhängigkeit einer gewissen Anzahl (und gemeinsamen Möglichkeit) würden wir dann zum bestmöglichen Termin endgültig einladen. Bei einer zu geringen Resonanz könnten wir alternativ gern individuelle über die Ringversuchsergebnisse diskutieren.

Ich würde mich freuen, wenn ein gemeinsamer Vor-Ort-Termin realisiert werden könnte und ich Sie bei uns begrüßen dürfte.

Vielen Dank



Dr. Lars Füchtjohann

A part of Horn & Co. Group Division: Horn & Co. Analytics