

ECISS
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN- UND STAHLNORMUNG
COMITE EUROPEEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER
EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION

Zertifiziertes europäisches Referenzmaterial (EURONORM-ZRM)

Zertifikat über die chemische Analyse

EURONORM-ZRM Nr. 129-3 (Werkstoff Nr. 1.8550)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Lfd. Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	Co	Cu	N
1	-----	0,2032	0,3600	0,0101	0,0154	1,6673	0,1934	1,0017	0,9972	0,0041	0,0141	0,0781	0,0041
2	0,3635	0,2046	0,3609	0,0104	0,0156	1,6899	0,1945	1,0095	0,9984	0,0042	0,0141	0,0784	0,0042
3	0,3639	0,2049	0,3662	0,0104	0,0161	1,6931	0,2011	1,0113	1,0054	0,0044	0,0142	0,0786	0,0043
4	0,3641	0,2053	0,3674	0,0105	0,0161	1,6941	0,2023	1,0127	1,0075	0,0044	0,0144	-----	0,0043
5	0,3659	0,2055	0,3676	0,0106	0,0162	1,6958	0,2034	1,0143	1,0085	0,0045	0,0145	0,0797	0,0043
6	0,3676	0,2064	0,3691	0,0106	0,0162	1,6967	0,2044	1,0157	1,0118	0,0045	0,0147	0,0799	0,0044
7	0,3680	0,2071	0,3691	0,0107	0,0163	1,6982	0,2050	1,0160	1,0163	0,0046	0,0147	0,0800	0,0044
8	0,3684	0,2073	0,3692	0,0108	0,0163	1,7001	0,2051	1,0167	1,0166	0,0047	0,0148	0,0800	0,0045
9	0,3685	0,2073	0,3696	0,0109	0,0164	1,7015	0,2060	1,0171	1,0185	0,0048	0,0148	0,0805	0,0045
10	0,3687	0,2081	0,3700	0,0109	0,0165	1,7027	0,2074	1,0184	1,0187	0,0048	0,0148	0,0805	0,0046
11	0,3688	0,2097	0,3715	0,0110	0,0166	1,7038	0,2077	1,0188	1,0196	0,0049	0,0148	0,0807	0,0046
12	0,3688	0,2123	0,3724	0,0110	0,0166	1,7046	0,2086	1,0206	1,0201	0,0050	0,0149	0,0810	0,0046
13	0,3688	0,2124	0,3752	0,0112	0,0166	1,7087	0,2088	1,0255	1,0233	0,0051	0,0149	0,0810	0,0046
14	0,3703	0,2127	0,3766	0,0112	0,0169	1,7108	0,2091	1,0289	1,0238	0,0052	0,0149	0,0813	0,0047
15	0,3723	0,2130	0,3778	0,0113	0,0169	1,7131	0,2105	1,0398	1,0279	0,0053	0,0150	0,0814	-----
16	0,3730	0,2139	0,3825	0,0113	0,0171	1,7215	0,2119	1,0453	1,0284	0,0055	0,0152	0,0817	0,0048
17	0,3742	0,2148	0,3854	0,0121	0,0172	-----	0,2123	1,0533	1,0299	0,0057	-----	0,0832	0,0048
18		-----		0,0122	0,0173	1,7380	0,2127			0,0058	0,0153		0,0053
19											0,0155		0,0054
20													0,0055
M(M)	0,3684	0,2087	0,3712	0,0110	0,0165	1,7023	0,2058	1,0215	1,0160	0,0049	0,0148	0,0804	0,0046
s(M)	0,0031	0,0038	0,0068	0,0006	0,0006	0,0149	0,0055	0,0135	0,0100	0,0005	0,0004	0,0014	0,0004
s(w)	0,0018	0,0020	0,0027	0,0002	0,0003	0,0058	0,0013	0,0043	0,0038	0,0002	0,0002	0,0005	0,0001

Lfd. Nr.	Sn	Ti	Sb
1	0,0063	0,0027	0,00040
2	0,0064	0,0027	0,00040
3	0,0065	0,0027	0,00053
4	0,0066	0,0028	0,00055
5	0,0067	0,0028	0,00056
6	0,0067	0,0028	0,00058
7	0,0067	0,0028	0,00060
8	0,0067	0,0031	0,00060
9	0,0067	0,0031	0,00065
10	0,0068	0,0031	0,00066
11	0,0068	0,0031	0,00073
12	0,0069	0,0032	0,00082
13	0,0069	-----	-----
14	0,0070	0,0034	
15	-----	0,0034	
16	-----		
17			
18			
19			
20			
M(M)	0,0067	0,0030	0,00059
s(M)	0,0002	0,0003	0,00013
s(w)	0,0002	0,0001	0,00003

B	V	W	Nb
0,0011	0,0038	0,0039	0,0001
0,0011	0,0038	0,0049	0,0001
0,0011	0,0042	0,0049	0,0002
0,0011	0,0042	0,0050	0,0002
0,0012	0,0043	0,0052	0,0003
0,0013	0,0043	0,0059	0,0004
0,0013	0,0043	0,0061	0,0008
0,0013	0,0044		0,0012
0,0014	0,0048		0,0014
0,0015	0,0050		0,0019
	0,0053		
	0,0055		

Zusätzlicher Wert zur Information:

Zn: 0,0030

M(M) : Mittelwert der
Laboratoriumsmittelwerte
s(M) : Standardabweichung der
Laboratoriumsmittelwerte
s(w) : Standardabweichung
innerhalb der Laboratorien

Die durch "-----" gekennzeichneten Plätze vertreten Laboratoriumsmittelwerte, die mit einem statistischen Test nach Cochran bzw. Grubbs als Ausreißer erkannt und entfernt worden sind. Werte in *Kursiv* sind ausschließlich zur Information.

ZERTIFIZIERTE WERTE (Massenanteil in %)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	Co	Cu	N	Sn	Ti	Sb
M(M)	0,3684	0,2087	0,371	0,0110	0,0165	1,702	0,206	1,022	1,016	0,0049	0,0148	0,0804	0,0046	0,0067	0,0030	0,00059
C(95%)	0,0017	0,0020	0,004	0,0003	0,0003	0,008	0,003	0,007	0,006	0,0003	0,0002	0,0007	0,0002	0,0002	0,0002	0,00008

C(95%) ist die halbe Breite des Vertrauensbereiches auf dem Vertrauensniveau 95%, t ist der entsprechende Student-Faktor (t-Verteilung) und n die Anzahl der Laboratoriumsmittelwerte. Weitere Informationen siehe ISO Guide 35:2006 Abschnitte 6.1 und 10.5.2.

$$C(95\%) = \frac{t \cdot s(M)}{\sqrt{n}}$$

Düsseldorf, Januar 2008

Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus feinen Stahlspänen (etwa 160 Stück/g) und ist von allen Feinanteilen durch Absieben über ein Edelstahlsieb von 0,5 mm Maschenweite befreit. Die chemische Analyse ist an diesen Spänen durchgeführt worden. Die Proben sind in Glasflaschen zu 100 g abgepackt. Das Material ist auch in Form von Scheiben erhältlich (39 mm Durchmesser, 25 mm hoch).

Die Probe ist hergestellt und wird herausgegeben von der Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl" in der Bundesrepublik Deutschland in Übereinstimmung mit den Empfehlungen der ISO-Richtlinien 30 – 35 unter der Schirmherrschaft der Koordinierungskommission für die Nomenklatur der Stahlerzeugnisse (COCOR) - Europäisches Komitee für Eisen- und Stahlnormung (ECISS).

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin,
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPI), Düsseldorf, und
Stahlinstitut VDEh (Chemikerausschuss), Düsseldorf (Geschäftsführung für die Arbeitsgemeinschaft).

Die Zertifizierung erfolgte durch die Herstellergemeinschaft für Europäische Zertifizierte Referenzmaterialien (EURONORM-ZRM) nach Zustimmung ihrer Mitglieder, dem Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID) und dem Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux (CTIF), Frankreich, dem Bureau of Analysed Samples Ltd. (BAS), Großbritannien und der Nordic CRM Working Group (gebildet aus Jernkontoret und dem Korrosions- und Metallforschungsinstitut AB) und der obengenannten deutschen Arbeitsgemeinschaft sowie der beteiligten Laboratorien.

Der Vertrieb der Proben für die Arbeitsgemeinschaft erfolgt durch BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin.

Vorgesehene Verwendung und Stabilität

Dieses EZRM ist für die Kontrolle analytischer Methoden vorgesehen, wie sie in den teilnehmenden Laboratorien angewandt wurden, sowie für die Kalibrierung analytischer Geräte in den Fällen, in denen die Kalibrierung mit Primärsubstanzen (reine stöchiometrische Metalle oder Verbindungen) nicht möglich ist. Außerdem ist es vorgesehen für die Produktion von sekundären Referenzmaterialien. Das Material bleibt stabil, vorausgesetzt, dass die Flaschen verschlossen bleiben und in einer kühlen, trockenen Atmosphäre aufbewahrt werden. Nach dem Öffnen der Flasche sollte der Deckel sofort nach der Entnahme geschlossen werden. Der Inhalt sollte verworfen werden, wenn er sich durch die Einwirkung verunreinigter Luft oder durch Oxidation verfärbt hat.

Die feste Probe ist für die Durchführung und die Kontrolle der Kalibrierung bei Optischen Emissionsspektrometern und Röntgenspektrometern bei der Analyse ähnlichen Materials vorgesehen. Die zu analysierende Oberfläche der Probe sollte nicht im Anlieferungszustand, sondern erst nach Anschleifen verwendet werden, damit mögliche Schutzschichten entfernt werden. Die Probe bleibt stabil, solange sie nicht extremer Hitze ausgesetzt wird (z.B. während der Bearbeitung der Oberfläche).

Rückführbarkeit

Die Rückführbarkeit von EZRM 129-3 wurde sichergestellt in Übereinstimmung mit den Regularien der ISO Guides 30 – 35 und des Internationalen Wörterbuchs der Metrologie (VIM).

Die Charakterisierung des Referenzmaterials erfolgte in einem Ringversuch, wobei jedes Laboratorium geeignete Analysenverfahren seiner Wahl verwendet hat. Nähere Angaben zu den Analysenverfahren werden weiter unten gegeben. Diese Verfahren waren entweder stöchiometrische analytische Techniken oder Verfahren, die mit Primärsubstanzen kalibriert wurden.

Teilnehmende Laboratorien

AB Sandvik Materials Technology, Sandviken (Schweden)
AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Bundesrepublik Deutschland)
Allvac Ltd., Sheffield (Großbritannien)
Arcelor Atlantique et Lorraine, Florange (Frankreich)
Arcelor, Dunkerque (Frankreich)
Arcelor Méditerranée, Site de Fos, Fos-sur-Mer (Frankreich)
BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
Bodycote Materials Testing, Teesside (Großbritannien)
Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg (Österreich)
C.T.I.F. Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux, Sèvres (Frankreich)
Corus Testing Solutions, Stocksbridge (Großbritannien)
Forschungs- und Qualitätszentrum Brandenburg GmbH, Eisenhüttenstadt (Bundesrepublik Deutschland)

Kanthal AB, Hallstahammar (Schweden)
 Korrosions- und Metallforschungsinstitut AB, Stockholm (Schweden)
 Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)
 Ovako Steel AB, Hofors (Schweden)
 Ridsdale & Co Ltd, Middlesbrough (Großbritannien)
 Salzgitter Flachstahl GmbH, Salzgitter (Bundesrepublik Deutschland)
 ThyssenKrupp Steel AG, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
 voestalpine Stahl Donawitz GmbH, Leoben-Donawitz (Österreich)

Untersuchungsverfahren

Element	lfd. Nr.	Verfahren
C	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17	Verbrennungsanalyse, Infrarot-Absorption
Si	3, 4, 6, 7, 8, 16 1, 2, 5, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 17 15	Gravimetrie, Einrauchen mit Perchlorsäure ICP OES Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion
Mn	1, 10 2, 4, 5, 7, 8, 9, 12, 13, 14, 15, 16, 17 3, 6, 11	FAAS ICP OES Photometrie, Periodat-Oxidation
P	1 2, 3, 4, 5, 7, 8, 10, 11, 14, 15, 18 6 9, 12, 13, 16, 17	Photometrie, Molybdänblau, Extraktion ICP OES Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion Photometrie, Vanadatomolybdatophosphat, Extraktion
S	1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18 6	Verbrennungsanalyse, Infrarot-Absorption Gravimetrie, BaSO ₄ , ohne Abtrennung
Cr	1, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 14, 16, 18 2 3 4, 10, 13, 15	ICP OES NAA FAAS Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation
Mo	1, 15 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 13, 14, 16, 18 11 12 17	Photometrie, Thiocyanat – Zinn(II)chlorid, Extraktion ICP OES FAAS ICP-MS NAA
Ni	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 12, 13, 14, 15, 16, 17 9 10 11 2 14	ICP OES Maßanalyse, Komplexometrie, visuelle Endpunkterkennung Maßanalyse, Cyanometrie Maßanalyse, mit Dichromat, Trennung mit Diacetyldioxim FAAS Photometrie, Diacetyldioxim, Extraktion
Al	1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 11, 13, 14, 16, 17 6, 10, 12, 15	ICP OES FAAS
As	1 2 3, 4, 6, 9, 11, 14, 16, 17, 18 5, 15 7 8 10 12 13	ICP OES, Abtrennung als AsH ₃ Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Abtrennung als AsH ₃ ICP OES ETAAS NAA ICP-MS Photometrie, Molybdänblau, Abtrennung als AsH ₃ PAA AAS, Abtrennung als AsH ₃

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Co	1, 2, 4, 7, 8, 11, 12, 13, 14, 16, 18 3 5 6, 10, 19 9 15	ICP OES Photometrie, Nitroso-R-salz ICP-MS FAAS ETAAS NAA
Cu	1, 2, 3, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 14, 15, 16, 17 6 12	ICP OES FAAS Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Extraktion
N	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 14, 16, 17, 19 18 20	Wärmeleitfähigkeitsmessung, Aufschmelzen im Graphittiegel Photometrie, Indophenolblau, Destillation Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle Endpunkterkennung
Sn	1, 3, 4, 5, 7, 10, 11, 12, 13 2, 8 6 9 14	ICP OES ETAAS ICP-MS AAS, Hydridbildung FAAS
Ti	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 2, 15	ICP OES ICP-MS
Sb	1, 2, 3, 5 4, 7 6 8 9 10 11 12	ETAAS FAAS ICP-MS ICP OES FAAS, Extraktion mit TOPO/KI/MIBK NAA AAS, Hydridbildung Atomfluoreszenzspektrometrie
B	1, 2, 3, 4, 10 5, 6, 7, 8 9	Photometrie, Curcumin ICP OES Photometrie, 1,1-Dianthrimid-Komplex, ohne Destillation
V	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 11, 12 5 10	ICP OES ICP-MS ETAAS
W	1 2, 4, 5, 6, 7 3	ICP-MS ICP OES NAA
Nb	1, 2, 3, 5, 6, 7, 9 4 10	ICP OES ICP-MS Photometrie, 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol, Extraktion
Zn	1	ICP OES

Abkürzungen:

AAS	Atomabsorptionsspektrometrie
ETAAS	Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie
FAAS:	Flammen Atomabsorptionsspektrometrie
ICP-MS:	Induktiv gekoppeltes Plasma - Massenspektrometrie
ICP OES:	Induktiv gekoppeltes Plasma - Optische Emissionsspektrometrie
NAA:	Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse
PAA:	Photonenaktivierungsanalyse

Weitere Informationen

Angaben über Herstellung, Zertifizierung und Bezugsmöglichkeiten dieser Europäischen Zertifizierten Referenzmaterialien (EURONORM-ZRM) sowie über die Anwendungen der in diesem Zertifikat enthaltenen statistischen Daten sind erhältlich beim Hersteller dieses zertifizierten Referenzmaterials, dessen Adresse auf diesem Zertifikat angegeben ist oder sie finden sich im CEN-Report CR 10317 und in der Mitteilung Nr. 5 (ECISS), beide zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen oder direkt von CEN, Brüssel (in Deutschland bei der Vertriebsstelle des DIN: Beuth-Verlag GmbH, Burggrafenstraße 4-10, 10787 Berlin).

Weitere Informationen und Hinweise zu diesem oder anderen durch die Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl" hergestellten zertifizierten Referenzmaterialien oder Referenzmaterialien können unter der oben angegebenen Adresse erhalten werden.

Des informations complémentaires sur la fabrication, la certification et la distribution des Matériaux de Référence Certifiés Européens (EURONORM-MRC) ainsi que sur l'utilisation des informations statistiques données sur le certificat se trouvent dans le Rapport CEN CR 10317 et dans la circulaire d'information No. 5 (ECISS). On peut se procurer ces deux documents auprès des organismes de normalisation ou auprès du CEN, Bruxelles (pour la France: AFNOR, 11, avenue Francis de Pressené, 93571 Saint Denis la Plaine Cedex).

D'autres informations et avis au sujet de ce Matériau de Référence Certifié, ou de tout autre Matériau de Référence Certifié ou Matériau de Référence produits par le Groupe de travail pour les MRC sidérurgiques, peuvent être demandés en contactant l'adresse figurant en haut de ce Certificat.

For information regarding the preparation, certification, and supply of these European Certified Reference Materials (EURONORM-CRMs) and the use of the statistical information given on this certificate, please refer either to the producer of this Certified Reference Material at the address given on this Certificate or to CEN-Report CR 10317 and Information Circular No. 5 (ECISS), both of which are available from the national standards body in your country or from CEN, Brussels (in the UK this is the BSI, 389 Chiswick High Road, London W4 4AL).

Further information and advice on this or other Certified Reference Materials or Reference Materials produced by the German CRM working group may be obtained from the address above.

För information angående tillverkning, certifiering och distribuering av dessa europeiska certifierade referensmaterial (EURONORM CRM) och för användning av statistik information, som angivits i detta certifikat, refereras till CEN-rapport CR 10317 och till informationscirkulär Nr 5 (ECISS) från den nationella standardiseringsorganisation eller från CEN, Bryssel. (I Sverige är det SIS, S:t Paulsgatan 6, SE-118 80 Stockholm, i Finland är det SFS, PL 114, FIN-002 41, Helsinki, i Danmark är det DS, Kollegievej 6, DK-Charlottenlund 2920, i Norge är det NSF, Drammensveien 145 A, Postboks 353 Skøyen, NO-0213 Oslo, på Island är det STRI, Holtagardar, IS-104 Reykjavik).

Ytterligare information och rådfrågan om detta eller andra Certifierade Referensmaterial/Referensmaterial, producerade av German CRM working group kan erhållas från angiven adress på certifikatets enligt ovan.

Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl"

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin,
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPI), Düsseldorf
Stahlinstitut VDEh (Chemikerausschuss), Düsseldorf (Geschäftsführung für die Arbeitsgemeinschaft).

Dr. Bernd - Josef Schlothmann

Stahlinstitut VDEh (Chemikerausschuss)
Geschäftsführung für die Arbeitsgemeinschaft