

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

Zertifiziertes europäisches Referenzmaterial (EURONORM-ZRM)
Zertifikat über die chemische Analyse

EURONORM-ZRM Nr. 284-2
(hochlegierter Stahl, Werkstoff-Nr. 1.4571)
Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	B	Co	Cu	N	Sn	Ti	V	O	Nb	W	Zr	Ta
1	0,0187	0,5078	1,7130	0,0229	0,0214	16,7495	-----	-----	0,0019	0,0055	-----	-----	0,1792	-----	0,0040	0,1807	0,0356	0,0078	0,0025	0,0131	0,0001	0,0002
2	0,0191	0,5176	1,7288	0,0236	0,0227	16,7701	2,0750	10,4827	0,0020	0,0058	0,0021	0,0490	0,1795	0,0142	0,0040	0,1847	-----	0,0085	0,0026	0,0175	0,0001	0,0016
3	0,0193	0,5245	1,7305	0,0242	0,0230	16,7749	2,0835	10,5077	0,0020	0,0060	0,0023	0,0497	0,1796	0,0144	0,0041	0,1849	0,0402	0,0086	0,0027	0,0176	0,0003	0,0021
4	0,0194	0,5245	1,7311	0,0244	0,0230	16,7771	2,0866	10,5092	0,0021	0,0061	0,0024	0,0505	0,1800	0,0146	0,0044	0,1852	0,0408	0,0089	0,0029	0,0189	0,0006	-----
5	0,0195	0,5260	1,7375	0,0247	0,0231	16,7941	2,0938	10,5675	0,0023	0,0062	0,0024	0,0520	0,1807	0,0147	0,0046	0,1870	0,0419	0,0096	0,0030	0,0195	0,0006	-----
6	0,0195	0,5262	1,7393	0,0251	0,0232	16,7942	2,1001	10,5682	0,0024	0,0062	0,0025	0,0521	0,1819	0,0147	0,0047	0,1873	0,0419	0,0097	0,0031	0,0230	0,0014	-----
7	0,0200	0,5320	1,7396	0,0258	0,0233	-----	2,1045	10,5874	0,0025	0,0062	0,0025	0,0522	-----	0,1848	0,0047	0,1882	0,0421	0,0098	-----	-----	-----	-----
8	0,0201	0,5332	1,7408	0,0258	0,0239	16,8069	2,1063	10,5885	0,0027	0,0063	0,0026	0,0524	0,1827	0,0149	0,0047	0,1890	0,0426	0,0098	-----	-----	-----	-----
9	-----	0,5363	1,7424	0,0260	0,0239	16,8188	2,1123	10,5895	0,0032	0,0063	0,0026	-----	0,1827	0,0149	0,0048	0,1901	0,0427	0,0101	-----	-----	-----	-----
10	0,0203	0,5369	1,7525	0,0269	0,0239	16,8190	2,1164	10,5966	0,0032	0,0063	0,0026	0,0530	0,1829	0,0150	0,0049	0,1918	0,0429	0,0102	-----	-----	-----	-----
11	0,0203	0,5377	1,7529	0,0261	0,0240	16,8200	2,1165	10,7175	0,0035	0,0067	0,0028	0,0531	0,1832	0,0150	0,0049	0,1923	0,0430	0,0102	-----	-----	-----	-----
12	0,0205	0,5379	1,7546	0,0262	0,0240	16,8216	2,1173	10,7313	0,0037	0,0067	0,0028	0,0533	0,1834	0,0150	0,0050	0,1929	0,0432	0,0107	-----	-----	-----	-----
13	0,0205	0,5413	-----	0,0264	0,0243	16,8231	2,1203	10,7370	0,0040	0,0069	0,0029	0,0537	0,1847	0,0151	0,0051	0,1937	0,0443	0,0110	-----	-----	-----	-----
14	0,0206	0,5463	1,7633	0,0264	0,0245	16,8279	2,1300	10,7375	-----	0,0073	0,0029	0,0541	0,1850	0,0152	0,0054	0,1939	0,0451	0,0112	-----	-----	-----	-----
15	0,0210	0,5485	1,7650	0,0274	0,0247	16,8405	2,1340	10,8048	-----	-----	0,0029	0,0541	0,1854	0,0153	-----	0,1954	0,0453	0,0124	-----	-----	-----	-----
16	0,0214	0,5550	1,7674	0,0275	0,0247	16,8667	2,1341	10,8397	-----	-----	0,0562	0,1869	0,0153	-----	0,1990	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
17	0,0219	0,5627	1,7687	0,0308	0,0252	16,8733	2,1373	10,8722	-----	-----	-----	0,1875	0,0154	-----	0,2000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
18	-----	0,5663	-----	-----	-----	-----	-----	10,8750	-----	-----	-----	0,1880	0,0154	-----	0,2022	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
19	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	0,0155	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
20	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	0,0161	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
21	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	0,0161	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
M(M)	0,0201	0,5367	1,7454	0,0258	0,0237	16,8112	2,1105	10,7154	0,0027	0,0063	0,0026	0,0525	0,1831	0,0151	0,0047	0,1908	0,0425	0,0099	-----	-----	-----	-----
s(M)	0,0009	0,0152	0,0160	0,0016	0,0009	0,0340	0,0190	0,0970	0,0007	0,0005	0,0002	0,0019	0,0028	0,0005	0,0004	0,0059	0,0028	0,0012	-----	-----	-----	-----
s(w)	0,0003	0,0056	0,0049	0,0004	0,0004	0,0246	0,0059	0,0303	0,0003	0,0001	0,0001	0,0003	0,0014	0,0002	0,0002	0,0011	0,0005	0,0002	-----	-----	-----	-----

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

$$s(M) = \sqrt{s(b)^2 + \frac{s(w)^2}{4}}$$

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	B	Co	Cu	N	Sn	Ti	V	O
M(M)	0,0201	0,537	1,745	0,0258	0,0237	16,811	2,111	10,72	0,0027	0,0063	0,0026	0,0525	0,1831	0,0151	0,0047	0,191	0,0425	0,0099
C(95%)	0,0005	0,008	0,009	0,0008	0,0005	0,019	0,010	0,05	0,0004	0,0003	0,0001	0,0011	0,0014	0,0002	0,0003	0,0003	0,0016	0,0007

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 35:1989 section 4.

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

Düsseldorf, August 2000

Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus feinen Stahlspänen (etwa 430 Stück/g) und ist von allen Feinanteilen durch Absieben über ein Edelstahlsieb von 0,4 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 (38 mm Durchmesser, 35 mm dick). Der zertifizierte Sauerstoffgehalt gilt nicht für die Kompaktproben, sondern nur für die Späne.

Die Probe ist hergestellt und wird herausgegeben von der Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl" in der Bundesrepublik Deutschland unter der Schirmherrschaft der Koordinierungskommission für die Nomenklatur der Stahlerzeugnisse (COCOR) - Europäisches Komitee für Eisen- und Stahlnormung (ECISS).

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin,
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPI), Düsseldorf, und
Verein Deutscher Eisenhüttenleute (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 Technique des Industries de la Fonderie (CTIF), Frankreich, dem Bureau of Analysed Samples Ltd. (BAS), Großbritannien, Jernkontoret und dem INSTITUTET FÖR METALLFORSKNING (Nordic CRM Working Group) und der obengenannten deutschen Arbeitsgemeinschaft sowie der beteiligten Laboratorien.

Der Vertrieb der Proben für die Arbeitsgemeinschaft erfolgt durch die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 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.

Da es leichte Seigerungen in der Mitte von vergossenen Scheibenproben geben kann, sollte eine Fläche von 6 mm Durchmesser in der Mitte für Optische Emissionsspektrometrie nicht benutzt werden.

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 dieses EZRM wird durch die Anwendung entweder stöchiometrischer analytischer Techniken oder durch Methoden gesichert, die mit Primärsubstanzen kalibriert wurden.

Teilnehmende Laboratorien

AB Sandvik Steel, Sandviken (Schweden)
Aciéries Aubert & Duval, Les Ancizes (Frankreich)
AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Bundesrepublik Deutschland)
Ascometal, (Frankreich)
Ascometal, Usine des Fos, Fos-sur-Mer (Frankreich)
Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg (Steiermark) (Österreich)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
C.T.I.F. Centre Technique des Industries de la Fonderie, Sèvres CEDEX (Frankreich)
Corus Engineering Steels, Stocksbridge (Großbritannien)
Corus Staal BV, CA IJmuiden (Niederlande)
EWK Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, Witten (Bundesrepublik Deutschland)
Howmet Alloy International, Exeter (Großbritannien)
Hüttenwerke Krupp Mannesmann GmbH, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
IRSID, Maizières-les-Metz Cedex (Frankreich)
Krupp Edelstahlprofile GmbH, Siegen (Bundesrepublik Deutschland)
Krupp Thyssen Nirosta, Krefeld (Bundesrepublik Deutschland)
Luxcontrol S.A., Esch-sur-Alzette (Luxemburg)
Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen (MPA NRW), Dortmund-Aplerbeck (Bundesrepublik Deutschland)

Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)
Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Großbritannien)

Sheffield Testing Laboratories Limited, Sheffield (Großbritannien)
 Sollac Dunkerque, Dunkerque (Frankreich)
 Thyssen Krupp Stahl AG, Dortmund (Bundesrepublik Deutschland)
 Thyssen Krupp Stahl AG, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
 Ugine Isbergues, (Frankreich)
 UGINE SAVOIE, Ugine Cedex (Frankreich)
 Voest Alpine Stahl Linz GmbH, Linz (Österreich)

Untersuchungsverfahren

Element	lfd. Nr.	Verfahren
C	1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 10, 11,	Infrarot-Absorption
	13, 14, 16	
	6	Gravimetrie
	12, 17	Konduktometrie
Si	15	Maßanalyse, Acidimetrie nach
		Absorption in organischem Medium
	1, 2, 5, 7, 8,	Gravimetrie, Einrauchen mit Perchlorsäure
	9, 11, 12, 14	
Mn	3, 15, 17	Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion
	4, 6, 10, 13, 16, 18	ICP-OES
	1, 2, 5, 8, 10, 17	ICP-OES
	3, 6, 7, 9, 12, 14, 16	Photometrie, Periodat-Oxidation
P	4, 15	FAAS
	11	Photometrie, Persulfat-Oxidation
	1, 4, 17	ICP-OES
	2	Maßanalyse, Acidimetrie als
S	3, 6, 7, 10, 12, 13, 14, 16	Ammoniummolybdatophosphat
	5, 8, 11	Photometrie, Vanadatmolybdatophosphat, Extraktion
	9	Photometrie, Molybdänblau ohne Extraktion
	15	Photometrie, Molybdänblau, Extraktion
Cr		ICP-MS
	1, 3	Konduktometrie
	2	Gravimetrie, Bariumsulfat ohne Abtrennung
	4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11,	Infrarot-Absorption
Mo	12, 13, 14, 15, 16, 17	
	1, 3, 5, 6, 8, 10, 11,	Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation
	12, 13, 14, 15	
	2, 9, 16	ICP-OES
Ni	4, 17	Maßanalyse mit Fe(II), Perchlorsäure-Oxidation
	2	
	3, 7, 8, 11, 15	Photometrie, Thiocyanat - Ascorbinsäure, Extraktion
	4, 9, 10, 12, 13, 14, 17	Photometrie, Thiocyanat - Zinn(II)-chlorid, Extraktion
Ni	5, 6	ICP-OES
	16	FAAS
		Photometrie, Thiocyanat - Zinn(II)-chlorid, ohne
		Extraktion
Ni	2, 10, 18	Maßanalyse, Cyanometrie
	3, 4, 6, 11, 16	Gravimetrie, Diacetyldioxim
	5, 15	Photometrie, Diacetyldioxim, ohne Extraktion
	7, 8, 13, 14, 17	ICP-OES
Ni	9	Titration mit Dichromat, Abtrennung mit
		Diacetyldioxim
	12	Photometrie, Diacetyldioxim, Extraktion

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Al	1, 5, 8, 9 2 3 4, 10, 13 6	FAAS, ohne Abtrennung FAAS, Extraktion des Eisens ETAAS ICP-OES Photometrie, Chromazurol-S, Trennung mittels Ionenaustauscher
Al	7 11, 12	Photometrie, Eriochromcyanin, Abtrennung vom Eisen mit Natronlauge ICP-MS
As	1 2, 10 3 4, 7, 8, 9, 11, 13 5, 6 12, 14	Photometrie, DDC, Abtrennung als AsH ₃ AAS, Abtrennung als AsH ₃ Photometrie, Molybdänblau, Extraktion als Halogenid ETAAS ICP-OES ICP-MS
B	2, 14 3, 4, 6, 8, 9, 11, 12, 13, 15 5, 7, 10	ICP-MS Photometrie, Curcumin ICP-OES
Co	2, 3, 6, 8, 11, 13, 15 4, 5, 7, 10, 12, 14, 16	FAAS ICP-OES
Cu	1, 2, 5, 9, 14, 15, 16, 3, 4, 6, 8, 10, 11, 12, 13, 18 17	FAAS ICP-OES Photometrie, DDC, Extraktion
N	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20 21	Wärmeleitfähigkeitmessung, Aufschmelzen im Graphittiegel Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle Endpunkterkennung
Sn	1, 5, 7 2, 4 3 6, 8, 10, 11, 13, 14 9 12	ICP-OES ICP-MS FAAS, Extraktion mit Tri-octylphosphinoxid ETAAS FAAS, Hydridbildung FAAS
Ti	1, 2, 3, 4, 5, 6, 9, 12, 17 7, 8, 13 10, 14 11, 18 16	ICP-OES Photometrie, Diantiprylmethan Photometrie, Chromotropsäure, ohne Abtrennung FAAS Photometrie, Wasserstoffperoxid, ohne Abtrennung
V	1, 4, 5, 6, 7, 11, 12 3, 9, 13, 15 8, 14 10	ICP-OES FAAS Photometrie, N-Benzoylphenylhydroxylamin, Extraktion ICP-MS
O	1, 3, 4, 5, 8, 9, 10, 11, 13, 14, 15 2, 12	Infrarotabsorption, Schmelzen im Graphittiegel unter Helium Infrarotabsorption, Schmelzen im Graphittiegel unter Argon
Nb	1, 2, 3, 4, 5 6	ICP-OES Photometrie, PAR
W	1, 2, 3, 4, 5 6	ICP-OES Photometrie, Thiocyanat, Reduktion in stark salzsaurer Lösung

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Zr	1, 2, 4, 5, 6 3	ICP-OES Photometrie, Arsenazo III
Ta	1, 3 2	ICP-OES Photometrie, Pyrogallol, Abtrennung der Oxide von Tantal und Niob

Abkürzungen:

ET AAS: Elektrothermale (Graphitrohrföfen) Atom-Absorptions-Spektrometrie

FAAS: Flammen Atom-Absorptions-Spektrometrie

ICP-MS: Induktiv gekoppeltes Plasma - Massenspektrometrie

ICP-OES: Induktiv gekoppeltes Plasma – Optische Emissionsspektrometrie

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 finden sich in den Mitteilungen Nr. 1 (ECISS) und Nr. 5 (EGKS), beide zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen (in Deutschland bei der Vertriebsstelle des DIN: Beuth-Verlag GmbH, Burggrafenstraße 4-10, 10787 Berlin).

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 les circulaires d'information No. 1 (ECISS) et No. 5 (CECA). On peut se procurer ces deux circulaires auprès des organismes de normalisation (pour la France: AFNOR, Tour Europe, Cedex 7, 92080 Paris La Défense).

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 to Information Circulars No. 1 (ECISS) and No. 5 (ECSC), both of which are available from the national standards body in your country (in the UK this is the BSI, 389 Chiswick High Road, London W4 4AL).

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 informationscirkulär Nr 1 (ECISS) och Nr 5 (ECSC) från den nationella standardiseringsorganisation. (I Sverige är det SIS, Box 6455, SE 113 82 Stockholm).