

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. 297-1 (Radionox-Stahl 1.4696)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Lfd. Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	B*	Co	Cu	N	Ti	V
1	0,0209	-----	0,8665	0,0121	0,0090	18,2725	0,2821	12,2815	0,0167	0,0026	-----	0,0390	0,1932	0,0140	0,0059	0,0489
2	0,0213	0,3205	0,8836	0,0127	0,0094	18,2906	0,2822	12,2977	0,0177	0,0030	1,1268	0,0397	0,1968	0,0143	0,0063	0,0514
3	0,0214	0,3314	0,8847	0,0129	0,0098	18,2973	0,2823	12,3037	0,0181	0,0032	1,1270	0,0398	0,1981	0,0144	0,0065	0,0517
4	0,0218	0,3335	0,8894	0,0130	0,0098	-----	0,2824	12,3100	0,0187	0,0037	1,1288	0,0405	0,1985	0,0145	0,0069	0,0523
5	0,0221	0,3350	0,8898	0,0130	0,0100	18,3196	0,2835	12,3135	0,0187	0,0037	1,1319	0,0408	0,1994	0,0150	0,0070	0,0524
6	0,0222	0,3354	0,8922	0,0133	0,0100	18,3269	0,2836	12,3162	0,0188	0,0038	1,1337	0,0410	0,1996	0,0150	0,0071	0,0527
7	0,0222	0,3439	0,8939	0,0133	0,0101	18,3345	0,2846	12,3206	0,0190	0,0038	1,1337	0,0410	0,2001	0,0150	0,0071	0,0528
8	0,0224	0,3452	0,8949	0,0136	0,0102	18,3365	0,2850	12,3225	0,0191	0,0038	1,1360	0,0413	0,2002	0,0153	0,0072	0,0529
9	0,0225	0,3455	0,8986	0,0136	0,0102	18,3538	0,2875	12,3374	0,0193	0,0039	1,1390	0,0413	0,2018	0,0154	0,0073	0,0530
10	0,0225	0,3489	0,8995	0,0138	0,0103	18,3601	0,2894	12,3429	0,0195	0,0039	1,1397	0,0416	0,2025	0,0156	0,0074	0,0530
11	0,0226	0,3506	0,9023	0,0139	0,0104	18,3763	0,2908	12,3475	0,0200	0,0041	1,1401	0,0417	0,2041	0,0156	0,0074	0,0534
12	0,0229	0,3512	0,9023	0,0140	0,0106	18,3824	0,2925	12,3492	0,0203	0,0043	1,1486	0,0420	0,2051	0,0160	0,0075	0,0539
13	0,0232	0,3513	0,9028	0,0142	0,0107	18,3938	0,2934	12,3497	0,0208	0,0047	1,1523	0,0421	0,2057	0,0163	0,0075	0,0541
14	0,0233	0,3530	0,9052	0,0143	0,0108	18,4050	0,2936	12,3528	0,0210	0,0048	1,1527	0,0423	0,2068	0,0165	0,0078	0,0543
15	0,0233	0,3549	0,9056	0,0144	0,0108	18,4142	0,2944	12,3570	0,0210	0,0050	1,1550	0,0425	0,2115	-----	0,0082	0,0544
16		0,3562	0,9062	0,0147		18,4238	0,2951	12,3931	0,0231	0,0056	1,1568	0,0428	0,2126		0,0086	0,0547
17			-----	-----		18,4250	-----	12,3948	-----		1,1568	0,0433	0,2131		-----	0,0558
18			0,9236			18,4440	0,2984	-----			1,1768		0,2159		-----	-----
19						18,4894	-----				1,1945					
20											-----					
M(M)	0,0223	0,3438	0,8965	0,0135	0,0101	18,3692	0,2899	12,3347	0,0195	0,0040	1,1461	0,0413	0,2036	0,0152	0,0072	0,0535
s(M)	0,0008	0,0104	0,0124	0,0007	0,0006	0,0584	0,0086	0,03106	0,0016	0,0008	0,0180	0,0012	0,0063	0,0008	0,0007	0,0016
s(w)	0,0003	0,0033	0,0040	0,0004	0,0003	0,0361	0,0025	0,03125	0,0006	0,0002	0,0085	0,0006	0,0021	0,0003	0,0003	0,0007

Lfd. Nr.	Nb	W	Zr	Ca
1	0,0059	0,0037	0,00003	0,00005
2	0,0072	0,0042	0,00003	< 0,0001
3	0,0082	0,0043	0,00010	0,0001
4	0,0083	0,0046	0,00015	0,0001
5	0,0087	0,0047	0,00023	0,0001
6	0,0089	0,0051	< 0,00050	< 0,0002
7	0,0089	0,0052	< 0,00050	0,0002
8	0,0093	0,0054	0,00070	< 0,0003
9	0,0095	0,0055	< 0,00100	< 0,0003
10	0,0098	0,0082		0,0003
11	0,0103	0,0105		0,0005
12	0,0122	-----		0,0005
13		-----		

Zwei Labors haben das Isotopenverhältnis $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ bestimmt:

1: 0,24849
2: 0,24773

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

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

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	Ti	V
M(M)	0,0223	0,344	0,897	0,0135	0,0101	18,37	0,290	12,33	0,0195	0,0040	1,146	0,0413	0,204	0,0152	0,0072	0,0535
C(95%)	0,0004	0,006	0,007	0,0004	0,0003	0,03	0,005	0,02	0,0009	0,0005	0,009	0,0006	0,004	0,0005	0,0004	0,0008

*Die Standardabweichung von 0,018 % für Bor resultiert aus dem an Spanmaterial durchgeführten Zertifizierungsringversuch. Mit Hilfe der Funken-OES durchgeführte Untersuchung von Kompaktmaterial (je 10 Abfunkungen an 29 Proben) ergab eine mittlere Standardabweichung von 0,017 %.

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, April 2005

Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus Stahlspänen (etwa 150 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 (36 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:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 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 Metallforschungsinstitutet AB) 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 Materials Technology, Sandviken (Schweden)
AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Bundesrepublik Deutschland)
Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, Kapfenberg (Österreich)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
Corus Testing Solutions, Stocksbridge (Großbritannien)
CRMC Industeel Groupe Arcelor, Le Creusot (Frankreich)
C.T.I.F. Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux, Sèvres (Frankreich)
CRT – Centre de Recherches Trappes, Trappes (Frankreich)
Edelstahlwerke Südwestfalen GmbH, Siegen (Bundesrepublik Deutschland)
Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, Witten (Bundesrepublik Deutschland)
Harwell Scientifics Ltd., Didcot (Großbritannien)
Imphy Ugine Precision, Imphy (Frankreich)
Kanthal AB, Hallstahammar (Schweden)
Korrosions- und Metallforschungsinstitutet AB, Stockholm (Sweden)
London and Scandinavian Metallurgical Co. Ltd., Rotherham (Großbritannien)
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)

Ovako Steel AB, Hofors (Schweden)
 Outokumpu Stainless AB, Avesta (Schweden)
 Ridsdale & Co Ltd, Middlesbrough (Großbritannien)
 Techlab, Metz (Frankreich)
 ThyssenKrupp Nirosta, Krefeld (Bundesrepublik Deutschland)
 ThyssenKrupp VDM, Werdohl (Bundesrepublik Deutschland)

Untersuchungsverfahren

Element	lfd. Nr.	Verfahren
C	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15 13	Infrarot-Absorption Maßanalyse, Acidimetrie nach Absorption in organischem Medium
Si	2, 4, 5, 6, 15 3, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 16	ICP OES Gravimetrie, Einrauchen mit Perchlorsäure Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion
Mn	1, 4, 6, 7, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 18 2, 5, 8 3	ICP OES Photometrie, Periodat-Oxidation FAAS
P	1, 12 2, 5, 6, 7, 16 3, 9 4, 8, 10, 11, 13, 14, 15	Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion ICP OES Photometrie, Molybdänblau, Extraktion Photometrie, Vanadatomoxydphosphat, Extraktion
S	1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 4	Infrarot-Absorption Gravimetrie als BaSO ₄ , chromatographische Abtrennung des SO ₄ ²⁻ durch Adsorption an Aluminiumoxid
Cr	1, 2, 5, 6, 8, 9, 11, 12, 14, 17 3, 7, 10, 13, 18, 19 15, 16	Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation ICP OES Maßanalyse mit Fe(II), Peroxid-Oxidation
Mo	1 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 18 3, 14 9	Photometrie, Thiocyanat – Zinn(II)-chlorid, Extraktion ICP OES FAAS PAA
Ni	1, 2, 3, 10, 12, 15, 17 4, 8, 9, 16 5 6, 13 7, 11 14	ICP OES Gravimetrie, Diacetyldioxim Maßanalyse, Cyanometrie Photometrie, Diacetyldioxim, ohne Extraktion Maßanalyse mit Dichromat, Trennung mit Diacetyldioxim Photometrie, Diacetyldioxim, Eisen-Abtrennung
Al	1, 3, 4, 5, 6, 11, 12, 13, 14, 15, 16 2, 7, 8, 9 10	ICP OES FAAS ICP-MS
As	1, 2 3, 5, 6 4, 7, 8, 10, 11, 12 9 13, 16 14 15	Photometrie, Molybdänblau, Extraktion als Halogenid AAS, Abtrennung als AsH ₃ ETAAS ICP-MS ICP OES NAA PAA
B	2 3, 4, 5, 7, 8, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 6 9 11	Maßanalyse, Acidimetrie in Gegenwart von Mannit, Fällung der Hydroxide ICP OES Photometrie, 1,1-Dianthrind-Komplex, Destillation des Borsäuremethylesters ID-MS Photometrie, Nilblau A, Extraktion mit 1,2-Dichlorbenzol

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Co	1, 3, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 2 4, 6	ICP OES Photometrie, Nitroso-R-Salz FAAS
Cu	1, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 18 2, 4, 17 11	ICP OES FAAS Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Extraktion
N	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 12 10, 13 14	Wärmeleitfähigkeitsmessung, Aufschmelzen im Graphittiegel Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle Endpunkterkennung Photometrie, Nessler's Reagenz, Destillation
Ti	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 13, 14, 15 8, 16 9	ICP OES Photometrie, Dianthipyrylmethan ICP-MS
V	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 14, 15, 16 11, 13 17	ICP OES FAAS Photometrie, N-Benzoylphenylhydroxylamin, Extraktion
Nb	1, 3, 4, 5, 7, 9, 10, 11, 12 2 6 8	ICP OES Photometrie, 1-(2-pyridylazo)-2-naphtol, Extraktion Photometrie, 4-(2-pyridylazo)-resorcinol ICP-MS
W	1, 3, 4, 6, 8, 9, 10, 11 2, 5 7	ICP OES ICP-MS NAA
Zr	1, 3, 4, 6, 7, 8, 9 2, 5	ICP OES ICP-MS
Ca	1, 2, 5, 7, 10 3, 4, 6, 8, 9, 11, 12	ICP OES FAAS

Abkürzungen:

AAS	Atomabsorptionsspektrometrie
ETAAS	Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie
FAAS:	Flammen Atomabsorptionsspektrometrie
ICP-MS:	Induktiv gekoppeltes Plasma - Massenspektrometrie
ICP OES:	Induktiv gekoppeltes Plasma - Optische Emissionsspektrometrie
ID-MS:	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie
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 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).

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).

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 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).

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, Holtagarðar, IS-104 Reykjavík).

Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl"

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 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