

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. 299-1 (Heizleiterstahl 1.4765)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Lfd. Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	B	Co	Cu
1	0,0134	0,2828	-----	0,0137	0,00010	22,202	0,0151	0,1580	-----	0,0046	0,0001	0,0141	0,0359
2	0,0136	0,2828	0,2559	0,0144	0,00013	22,204	0,0171	0,1630	5,224	0,0048	0,0001	0,0159	0,0362
3	0,0147	0,2880	0,2609	0,0146	0,00017	22,233	0,0171	0,1653	5,259	0,0049	0,0001	0,0176	0,0370
4	0,0148	0,2915	0,2652	0,0148	0,00017	22,264	0,0172	0,1657	5,287	0,0049	0,0002	0,0176	0,0373
5	0,0148	0,2943	0,2655	0,0149	0,00018	22,287	0,0173	0,1703	5,289	0,0051	0,0002	0,0178	0,0374
6	0,0152	0,2958	0,2663	0,0150	0,00020	22,303	0,0179	0,1718	5,297	0,0052	0,0002	0,0180	0,0377
7	0,0152	0,2974	0,2668	0,0150	0,00020	22,314	0,0185	0,1728	5,303	0,0052	0,0002	0,0182	0,0380
8	0,0155	0,2995	0,2678	0,0151	0,00025	22,315	0,0190	0,1730	5,328	0,0053	0,0003	0,0190	0,0380
9	0,0157	0,3004	0,2680	0,0151	0,00030	22,318	0,0191	0,1740	5,342	0,0053	0,0004	0,0191	0,0384
10	0,0158	0,3012	0,2680	0,0153	0,00030	22,321	0,0194	0,1741	5,346	0,0054	0,0004	0,0194	0,0385
11	0,0159	0,3034	0,2696	0,0154	0,00030	22,326	0,0194	0,1742	5,355	0,0058		0,0195	0,0388
12	0,0160	0,3061	0,2698	0,0156	0,00035	22,336	0,0197	0,1742	5,358	0,0061		0,0201	0,0390
13	0,0160	0,3066	0,2704	0,0164		-----	0,0198	0,1760	5,378	0,0064		0,0203	0,0393
14	0,0165	0,3072	0,2705	0,0175		22,361	0,0201	0,1761	5,393	0,0065		0,0205	0,0397
15	0,0171	0,3075	0,2705			22,373	0,0222	0,1788	5,400			0,0208	0,0399
16		0,3120	0,2737			22,483		0,1802	5,430			0,0208	0,0408
17			0,2761			22,485							
M(M)	0,0154	0,2985	0,2678	0,0152	0,00022	22,320	0,0186	0,1717	5,333	0,0054	0,0002	0,0187	0,0382
s(M)	0,0010	0,0089	0,0048	0,0010	0,00008	0,081	0,0017	0,0060	0,057	0,0006	0,0002	0,0019	0,0014
s(w)	0,0003	0,0039	0,0030	0,0003	0,00006	0,045	0,0005	0,0019	0,030	0,0002	0,0001	0,0004	0,0005

Lfd. Nr.	N*	Ti	V	Zr	Nb	Pb	Sn	W	Ca	Sb
1	0,0176	-----	0,0294	0,1709	0,0034	0,0013	0,0066	0,0009	0,0001	0,0003
2	0,0180	0,1249	0,0295	0,1725	0,0034	0,0018	0,0070	0,0014	0,0004	0,0004
3	0,0187	0,1253	0,0304	0,1740	0,0036	0,0019	0,0070	0,0015	0,0004	0,0005
4	0,0191	0,1255	0,0321	0,1749	0,0036	0,0021	0,0083	0,0016	0,0005	0,0007
5	0,0194	0,1270	0,0325	0,1750	0,0038		-----	0,0016	0,0006	
6	0,0196	0,1270	0,0327	0,1758	0,0038		0,0104	0,0017	0,0009	
7	0,0196	0,1274	0,0330	0,1765	0,0039			0,0018	-----	
8	0,0197	0,1275	0,0337	0,1766	0,0045			0,0020		
9	0,0200	0,1277	0,0340	0,1772	0,0051			0,0024		
10	0,0206	0,1280	0,0340	0,1781	-----			-----		
11	0,0206	0,1286	0,0344	0,1783	0,0056					
12	0,0210	0,1290	0,0345	0,1798	0,0067					
13	0,0214	0,1298	0,0346	0,1820						
14	0,0221	0,1318	0,0355	0,1840						
15		0,1329	-----	0,1873						
16		0,1343	-----							
17		0,1357								
M(M)	0,0198	0,1289	0,0329	0,1775						
s(M)	0,0013	0,0033	0,0020	0,0044						
s(w)	0,0004	0,0011	0,0004	0,0027						

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

\* Bei der Bestimmung von Stickstoff  
mit Hilfe der Trärgasheiß-  
extraktion ist darauf zu achten,  
dass eine ausreichende Menge an  
geeignetem Flussmittel (z.B. Ni)  
verwendet wird.

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	Zr
<b>M(M)</b>	<b>0,0154</b>	<b>0,299</b>	<b>0,2678</b>	<b>0,0152</b>	<b>0,00022</b>	<b>22,32</b>	<b>0,0186</b>	<b>0,172</b>	<b>5,33</b>	<b>0,0054</b>	<b>0,0002</b>	<b>0,0187</b>	<b>0,0382</b>	<b>0,0198</b>	<b>0,1289</b>	<b>0,0329</b>	<b>0,1775</b>
<b>C(95%)</b>	0,0006	0,005	0,0026	0,0006	0,00005	0,05	0,0010	0,004	0,04	0,0004	0,0001	0,0010	0,0008	0,0008	0,0018	0,0012	0,0025

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, März 2009

## Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus feinen Stahlspänen (etwa 475 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:

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 ([www.webshop.bam.de](http://www.webshop.bam.de)).

## 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 299-1 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. Die meisten der verwendeten Verfahren waren entweder internationale oder nationale Normverfahren oder technisch äquivalent.

## Teilnehmende Laboratorien

AB Sandvik Materials Technology, Sandviken (Schweden)  
AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Bundesrepublik Deutschland)  
ArcelorMittal - Imphy, Imphy (Frankreich)  
ArcelorMittal Industeel Creusot, Le Creusot (Frankreich)  
ArcelorMittal Isbergues Stainless Europe, Isbergues (Frankreich)  
AUBERT & DUVAL, Les Ancizes (Frankreich)  
Bodycote Materials Testing, Middlesbrough (Großbritannien)  
BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Bundesrepublik Deutschland)  
C.T.I.F. Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux, Sèvres (Frankreich)  
Corus Testing Solutions, Stocksbridge (Großbritannien)  
Deutsche Edelstahlwerke GmbH, Siegen (Bundesrepublik Deutschland)  
Deutsche Edelstahlwerke GmbH, Witten (Bundesrepublik Deutschland)  
Kanthal AB, Hallstahammar (Schweden)  
Luxcontrol SA, Esch-sur-Alzette (Luxemburg)  
Ridsdale & Co Ltd, Middlesbrough (Großbritannien)  
SGS Nederland BV, Spijkenisse (Niederlande)  
Swerea KIMAB, Stockholm (Schweden)  
Ugitech, Ugine, (Frankreich)

**Untersuchungsverfahren**

Element	lfd. Nr.	Verfahren
C	1, 2, 3, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 4 5	Infrarot-Absorption Maßanalyse, Acidimetrie nach Absorption in organischem Medium Coulometrie
Si	1, 3, 5, 15, 16 2, 4, 6, 8, 9, 10, 13, 14 7, 11, 12	ICP OES Gravimetrie, Einrauchen mit Perchlorsäure Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion
Mn	2, 4, 8, 9, 11, 12, 15, 16 3, 6 5, 7, 10, 13, 14, 17	ICP OES FAAS Photometrie, Periodat-Oxidation
P	1, 4 2, 6, 8, 10, 12 3 5, 7, 11, 13, 14 9	Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion Photometrie, Vanadatomolybdatophosphat, Extraktion Photometrie, Molybdänblau nach Abtrennung der Störelemente ICP OES Photometrie, Molybdänblau, Extraktion
S	1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12 6	Infrarot-Absorption Photometrie, Methylenblau, Entwicklung von H <sub>2</sub> S mit Ameisensäure und Hypophosphorsäure
Cr	1, 5, 6, 7, 9, 11, 12, 14, 15, 16 2, 4, 17 3, 10 8	Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation ICP OES Maßanalyse mit Fe(II), Perchlorsäure-Oxidation Maßanalyse mit Fe(II), Peroxid-Oxidation
Mo	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 12, 14, 15 5, 10 9 11 13	ICP OES ICP-MS FAAS Photometrie, Thiocyanat – Zinn(II)-chlorid, Extraktion PAA
Ni	1, 2, 4, 8, 13, 16 3, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 12, 14, 15	FAAS ICP OES
Al	2 3, 5, 15 4, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 16	Photometrie, Chromazurol-S, Trennung mittels Ionentauscher FAAS ICP OES
As	1 2, 3, 5, 10, 11, 12, 13 4, 8 6 7, 9 14	Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Abtrennung als AsH <sub>3</sub> ETAAS ICP-MS NAA ICP OES AAS, Abtrennung als AsH <sub>3</sub>
B	1 2, 3, 5, 7, 9 4, 6, 8, 10	ICP-MS Photometrie, Curcumin ICP OES
Co	1, 2, 3, 5, 8, 9, 10, 11, 14 4 6 7, 12, 13, 15, 16	ICP OES Photometrie, Nitroso-R-Salz ICP-MS FAAS
Cu	1, 2, 3, 5, 6, 8, 10, 14, 16 4, 7, 9, 11, 12, 13, 15	ICP OES FAAS

Element	lfd. Nr.	Verfahren
N	1, 2, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 12 4 10 11, 13, 14	Wärmeleitfähigkeitsmessung, Aufschmelzen im Graphittiegel Photometrie, Indophenolblau, Destillation Photometrie, Nessler's Reagens, Destillation Endpunkterkennung Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle
Ti	2 3, 4, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 16 5, 7 6 15 17	FAAS ICP OES Photometrie, Dianthipyrylmethan ICP-MS Photometrie, Chromotropsäure, ohne Abtrennung Photometrie, Wasserstoffperoxid, ohne Abtrennung
V	1, 8 2, 3, 5, 6, 11, 13, 14 4, 7, 12 9, 10	ICP-MS ICP OES FAAS Photometrie, N-Benzoylphenylhydroxylamin, Extraktion
Zr	1, 2, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 14, 15 3 5, 13	ICP OES Photometrie, Arsenazo III ICP-MS
Nb	1, 2, 4, 5, 7, 8, 9, 11, 12 3 6	ICP OES ICP-MS Photometrie, 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol, Extraktion
Pb	1, 2, 3 4	ETAAS ICP-MS
Sn	1 2 3, 4 6	ICP OES AAS, Hydridbildung ETAAS ICP-MS
W	1 2, 7, 8, 9 3, 4, 6 5	Photometrie, Thiocyanat, Reduktion in stark salzsaurer Lösung ICP OES ICP-MS NAA
Ca	1, 3, 4, 5 2, 6	ICP OES FAAS
Sb	1, 3, 4 2	ETAAS ICP-MS

**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.

Pour disposer d'informations 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 ce certificat, se reporter soit au producteur de ce Matériau de Référence Certifié, soit au Rapport CEN CR 10317 et à la circulaire d'information N° 5 (ECISS). On peut se procurer ces deux documents auprès des organismes nationaux de normalisation ou auprès du CEN, Bruxelles. (Pour la France: AFNOR, 11 Av. F. de Pressensé, 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 plus haut dans 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 statistisk information, som angivits i detta certifikat, refereras antingen till producenten av detta certifierade referensmaterial med angiven adress på certifikatet eller till CEN-rapport CR 10317 och Informationscirkulär Nr 5 (ECISS), som kan erhållas från den nationella standardiseringsorganisationen eller från CEN, Bryssel. (Sverige: SIS, S:t Paulsgatan 6, SE-118 80 Stockholm, Finland: SFS, PL 116, FIN-002 41, Helsingfors, Danmark: DS, Kollegievej 6, DK-Charlottenlund 2920, Norge: NSF, Drammensveien, 145 A, Postboks 353 Skøyen, NO-0213 Oslo, Island: STRI, Holtagardar, IS-104 Reykjavik). Ytterligare information och rådfrågan om detta eller andra Certifierade Referensmaterial/Referensmaterial, producerade av den tyska arbetsgruppen för CRM, kan erhållas från angiven adress på certifikatet 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