

CECA - EGKS - ECSC
COMMUNAUTÉ EUROPÉENNE DU CHARBON ET DE L'ACIER
EUROPAISCHE GEMEINSCHAFT FÜR KOHLE UND STAHL
EUROPEAN COAL AND STEEL COMMUNITY

EURO - ÉCHANTILLON - TYPE N° 081-1

Certificat d'analyse

Moyennes des laboratoires (5 mesures)

	% C	% Si	% Mn	% S	% P	% Ni	% Cu	% Co	% Al	% Sn
1	0,0962	0,1005	0,5964	0,0133	0,0127	0,0402	0,0222	0,0166	0,0204	0,0019
2	0,0964	0,1014	0,5970	0,0135	0,0132	0,0402	0,0247	0,0166	0,0225	0,0020
3	0,0974	0,1020	0,6014	0,0136	0,0136	0,0406	0,0251	0,0166	0,0225	0,0020
4	0,0976	0,1020	0,6020	0,0136	0,0137	0,0406	0,0251	0,0167	0,0226	0,0020
5	0,0976	0,1040	0,6024	0,0136	0,0140	0,0407	0,0257	0,0168	0,0226	0,0024
6	0,0984	0,1048	0,6026	0,0137	0,0145	0,0408	0,0261	0,0169	0,0228	0,0026
7	0,0990	0,1050	0,6028	0,0138	0,0145	0,0411	0,0262	0,0169	0,0230	0,0027
8	0,0992	0,1052	0,6030	0,0139	0,0145	0,0416	0,0264	0,0170	0,0231	0,0032
9	0,0992	0,1056	0,6048	0,0140	0,0146	0,0417	0,0264	0,0170	0,0234	0,0046
10	0,0999	0,1062	0,6052	0,0146	0,0146	0,0417	0,0265	0,0172	0,0236	0,0058
11	0,1006	0,1068	0,6064	0,0146	0,0147	0,0420	0,0265	0,0172	0,0236	0,0065
12	0,1006	0,1070	0,6070	0,0146	0,0152	0,0422	0,0268	0,0173	0,0238	0,0066
13	0,1010	0,1072	0,6090	0,0150	0,0154	0,0428	0,0268	0,0174	0,0238	0,0089
14	0,1012	0,1076	0,6100	0,0150	0,0156	0,0436	0,0272	0,0180	0,0245	
15	0,1012	0,1080	0,6156	0,0150	0,0157	0,0440	0,0273		0,0266	
16	0,1028	0,1094	0,6184	0,0151		0,0456	0,0273			
M_M	0,0993	0,1052	0,6052	0,0142	0,0144	0,0418	0,0260	0,0170	0,0232	0,0039
s_M	0,0019	0,0026	0,0059	0,0006	0,0009	0,0015	0,0013	0,0004	0,0013	0,0023

M_M = Moyenne des moyennes des 16 laboratoires

s_M = Écart-type de la distribution des moyennes des 16 laboratoires

Valeurs certifiées

	% C	% Si	% Mn	% S	% P	% Ni	% Cu	% Co	% Al
M	0,099	0,105	0,605	0,014	0,014	0,042	0,026	0,017	0,023
s	0,002	0,003	0,006	0,001	0,001	0,002	0,001	0,0004	0,001

Laboratoires ayant participé à l'étalonnage de l'Euro-échantillon-type 081-1

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - Arbed - Differdange (G.D. de Luxembourg) - Arbed - Esch-sur-Alzette (G.D. de Luxembourg) - Bundesanstalt für Materialprüfung - Berlin (R.F.A.) - Centre Technique des Industries de la Fonderie - Sèvres (France) - Centro Sperimentale Metallurgico - Rome (Italie) - Fiat Sez. Ferrière - Turin (Italie) - Hoesch Hüttenwerke AG. - Dortmund-Hörde (R.F.A.) - Hoogovens - IJmuiden (Pays-Bas) | <ul style="list-style-type: none"> - Institut de Recherches de la Sidérurgie Française - St-Germain-en-Laye (France) - Institut de Recherches de la Sidérurgie Française - Maizières-lès-Metz (France) - Mannesmann A.G. Hüttenwerke - Duisburg (R.F.A.) - N.V. Staalgieterij SMDK - Utrecht (Pays-Bas) - Sacilor - Amneville (France) - Société Cockerill - Seraing (Belgique) - Thyssen Niederrhein AG. - Duisburg (R.F.A.) - Usinor - Dunkerque (France) |
|--|---|

Pour la Commission de Coordination de la Nomenclature des produits sidérurgiques - Commission des Communautés Européennes.

Pour tous renseignements sur les Euro-échantillons-types, se reporter à la Circulaire d'Information n° 1 de la CECA, diffusée par les organismes nationaux de normalisation.

Wegen Erläuterungen über Euro-Analysenkontrollproben siehe Mitteilung Nr. 1 (2. Auflage) der EGKS. Zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen.

For information regarding the eurosamples standard, please refer to the E.C.S.C. Information Circular n° 1 available at the Institution responsible for standardization in your country.



INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDÉRURGIE FRANÇAISE

IRSID Saint-Germain-en-Laye - Novembre 1974

MÉTHODES EMPLOYÉES

081-1

Élément	Numéro de la ligne	Méthode
C	1 - 8	Titration acidimétrique en milieu non aqueux ; combustion
	3 - 11 - 14 - 15 - 16	Coulométrie ; combustion
	2 - 5 - 7 - 9	Conductimétrie ; combustion
	4 - 6 - 10 - 12 - 13	Conductibilité thermique ; combustion
Si	2 - 7	Gravimétrie ; déshydratation en milieu perchlorique
	1 - 3 - 4 - 5 - 6 - 9 - 12 - 13 - 14 - 15 - 16	SAM ; silicomolybdate réduit sans extraction
	10	SAM ; silicomolybdate réduit avec extraction
	8 - 11	SAA
Mn	1 - 4	Titration de Mn VII par As III ; oxydation au persulfate + Ag ⁺
	2 - 3 - 6 - 7 - 8 - 9 - 10 - 11 - 13 - 14 - 15	SAM de MnO ₄ ⁻ ; oxydation au périodate
	5 - 12 - 16	SAA
S	2 - 8 - 10 - 12 - 13 - 14 - 15	Titration acidimétrique ; combustion (H ₂ O ₂ ou Ag NO ₃)
	5	Titration acidimétrique détection électrométrique combustion
	1 - 9 - 16	Coulométrie ; combustion
	3 - 4 - 6 - 11	Conductimétrie ; combustion
P	7	Absorption infra-rouge ; combustion
	2 - 5 - 6 - 8 - 15	SAM ; phosphomolybdovanadate extrait
	10	SAM ; phosphomolybdovanadate non extrait
	1 - 3 - 4 - 7 - 9 - 12 - 13	SAM ; phosphomolybdate réduit non extrait
Ni	14 - 11	SAM ; phosphomolybdate réduit extrait
	7 - 12 - 15	SAM ; complexe de la diméthylglyoxime extrait
	1 - 2 - 3 - 4 - 6 - 14	SAM ; complexe de la diméthylglyoxime
	13	SAM ; complexe de la diméthylglyoxime après séparation à l'oxyde de zinc
Cu	5 - 8 - 9 - 10 - 11 - 16	SAA
	5 - 10 - 12 - 13 - 16	SAM ; complexe de la 22' diquinolyne
	3	SAM ; diéthylthiocarbamate de plomb extrait
	1 - 4 - 7 - 8	SAM ; complexe du biscyclohexanone-oxalyldihydrazone (BCO)
Co	2 - 6 - 9 - 11 - 14 - 15	SAA
	5 - 10 - 12 - 14	SAM ; complexe du 1 - nitroso 2 - naphthol
	8	SAM ; complexe du 2 nitroso - 1 naphthol
	1 - 4	SAM ; complexe de l'isonitrosomalonylguanidine avec ou sans séparation par échange d'ions
Al	7	SAM ; complexe du thiocyanate avec ou sans extraction
	2 - 9 - 11 - 13	SAA
	3 - 6	SAM ; complexe du nitroso R
	6 - 14	SAM ; complexe ériochrome cyanine
Sn	2 - 15	SAM ; complexe de l'ériochrome cyanine, séparation en milieu sodique
	1	SAM ; complexe de l'hydroxyquinoléine après séparation par échange d'ions
	11	SAA ; extraction du fer
	3 - 4 - 5 - 7 - 8 - 9 - 10 - 12 - 13	SAA ; sans séparation du fer
Sn	12	Titration iodométrique ; séparation du sulfure
	8 - 11	Titration iodométrique ; réduction par l'aluminium
	1 - 2 - 4 - 5 - 6 - 7 - 9 - 10 - 13	SAM ; complexe avec la phénylfluorone ou la 3 pyridylfluorone ou la méthylfluorone

SAM = spectrophotométrie d'absorption moléculaire

SAA = spectrophotométrie d'absorption atomique

ECISS

COMITÉ EUROPEEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN-UND STAHLNORMUNG MATÉRIAU DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ EUROPEEN (EURONORM-MRC) SUPPLÉMENT AU CERTIFICAT D'ANALYSES CHIMIQUES

EURONORM - MRC N° 081-1 ACIER NON ALLIÉ

MOYENNES des
LABORATOIRES (4 valeurs)
teneur massique %

Ligne	P
1	0,0118
2	0,0122
3	0,0122
4	0,0124
5	0,0124
6	0,0125
7	0,0126
8	0,0127
9	0,0128
10	0,0128
11	0,0130
12	0,0131
13	0,0134
14	0,0134
15	0,0134
16	0,0135
17	0,0136
18	0,0137
M_M	0,0129
s_M	0,0006
s_w	0,0003

PRÉAMBULE EXPLICATIF DES TENEURS RÉVISÉES DE PHOSPHORE

Des teneurs certifiées aussi justes que possible constituent toujours l'un des buts à atteindre lors de la préparation de Matériaux de Référence Certifiés (MRC).
Or, fondamentalement, ces valeurs certifiées sont tributaires de l'état de l'Art Analytique et de la perfectionnement progressif des méthodes de dosage dans le temps ne peut donc que se répercuter sur la meilleure estimation des teneurs les plus probables des MRC.
Tel est le cas, en particulier, pour les basses teneurs en phosphore qui prennent de plus en plus d'importance dans le cadre de la fabrication d'aciers à hautes performances.
Ainsi, dans diverses instances, les méthodes de dosage des basses teneurs en phosphore ont été améliorées récemment.
Les producteurs européens de MRC toujours préoccupés de parfaire la qualité de leurs produits, ont donc été amenés à faire contrôler certains MRC pour lesquels les teneurs en phosphore étaient inférieures à 0,020 %. Il en résulte que les valeurs initialement certifiées s'avèrent légèrement surévaluées pour douze EURONORM - MRC.

VALEURS CERTIFIÉES teneur massique %

	P
M_M	0,0129
s_M	0,0006

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires

s_M = écart type de la distribution des moyennes des laboratoires

s_w = écart type intralaboratoire

s_w = écart type intralaboratoire moyen

Les moyennes des laboratoires ont été examinées statistiquement pour éliminer les valeurs aberrantes.

$$s_M = \sqrt{\frac{s_b^2 + s_w^2/4}{4}}$$

LABORATOIRES PARTICIPANTS

ARBED, Division d'Esch-Belval
British Steel Corporation Technical Centre
British Steel Corporation Velsch Laboratory
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Centre Technique Unimetal (CTU)
Cockerill-Sambre SA
Creusot Loire Industrie
Hoesch Stahl AG
Hoogovens Groep BV

Esch-sur-Alzette (L)
Corby (RU)
Port Talbot (RU)
Berlin (RFA)
Annéville (F)
Seraing (B)
Le Creusot (F)
Dortmund (RFA)
Limulden (P.B.)

Krupp Stahl AG
Riddale & Co Ltd
Rotherham Engineering Steels
Solmer
Stahlwerke Peine-Salzgitter
Thyssen Stahl AG
Usinor Aciers
Vereinigte Edelmetallwerke AG
VOEST-Alpine AG

Bochum (RFA)
Middlesbrough (RU)
Rotherham (RU)
Fos sur Mer (F)
Salzgitter (RFA)
Duisburg (RFA)
Dunkerque (F)
Kapfenberg (A)
Linz (A)

DESCRIPTION DE L'ÉCHANTILLON

Échantillon sous forme divisée : tranche granulométrique 650-1000 µm, conditionné en flacon de 100 g.
MRC préparé et diffusé par :



INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDÉRURGIE FRANÇAISE
IRSID - AVRIL 1988

supplément à la 1^{re} édition datant de Novembre 1974

Au nom de la Commission de Coordination de la Nomenclature des Produits Sidérurgiques (COCOR) de l'ECISS, après approbation des laboratoires participants et de l'ensemble des trois organismes producteurs (FRANCE : IRSID ; République Fédérale d'Allemagne : Groupe de travail pour les MRC sidérurgiques ; Royaume-Uni : BAS Ltd)

Defining the
EXPLANATORY PREAMBLE OF REVISED PHOSPHORUS CONTENTS

One of the main aims in the preparation of Certified Reference Materials (CRMs) is always that the certified values should be as accurate as possible.

Inevitably these certified values are dependent upon the state of the analytical art at the time of certification. The progressive improvement of analytical methods over the years is therefore reflected in the better determination of the true contents of CRMs.

This is particularly the case for low phosphorus contents which have become more and more important in the field of high-performance fabrication steels.

Hence, in several cases, the methods for the determination of low phosphorus contents have recently been improved.

The European producers of CRMs, always preoccupied with improving the quality of their products, have therefore decided to check certain CRMs in which the phosphorus content is less than 0.02%. The result has been that the initial certified values have been found to be slightly high in twelve EURONORM-CRMs.

Erläuternde Präambel zu revidierten Phosphorgehalten

Eines der wesentlichen Ziele bei der Herstellung von Zertifizierten Referenzmaterialien (ZRM) ist stets die weitestgehende Annäherung der zertifizierten Werte an die wahren Gehalte.

Diese zertifizierten Werte sind jedoch unvermeidbar vom Stand der Analysetechnik zum Zeitpunkt der Zertifizierung beeinflusst. Die ständig fortschreitende Verbesserung der Analysemethoden bietet im Laufe der Zeit die Möglichkeit der zuverlässigeren Annäherung der zertifizierten Werte an die wahren Gehalte der ZRM.

Dies trifft insbesondere zu für niedrige Phosphorgehalte ~~im Stahl~~, die bei der Herstellung von Stählen hoher Qualität mehr und mehr an Bedeutung gewinnen. Deshalb sind in verschiedenen Arbeitsgruppen die Methoden zur Bestimmung niedriger Phosphorgehalte in letzter Zeit überprüft und verbessert worden.

Die europäischen Hersteller von ZRM, die stets um die Verbesserung ihrer Produkte bemüht sind, haben danach entschieden, bestimmte ZRM, deren Phosphorgehalte unter 0,02% liegen, zu überprüfen. Als Ergebnis zeigte sich bei 12 EURONORM-ZRM, daß die ursprünglich zertifizierten Werte geringfügig zu hoch liegen.

METHODES EMPLOYEES

ELEMENT	LIGNE N°	METHODES
P	1-2-5-6-10-11-12-14-15-16-17. 3-4-9-18. 7. 8-13.	SAM:phosphomolybdovanadate, extraction SAM:phosphomolybdate réduit sans extraction SEP; SAM:phosphomolybdate réduit, extraction

SAM : spectrophotométrie d'absorption moléculaire
SEP : spectrométrie d'émission plasma

INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES

Des informations complémentaires sur la fabrication et la certification des Matériaux de Référence Certifiés Européens (EURONORM-MRC) ainsi que sur les possibilités d'approvisionnement, se trouvent dans la circulaire d'information N° 1 de l'ECISS. On peut se procurer cette circulaire auprès des organismes nationaux de normalisation (pour la France : AFNOR, Tour Europe - Cedex 7, 92080 PARIS LA DÉFENSE).

For information regarding the preparation and certification of these European Certified Reference Materials (EURONORM-CRMs) and sources of supply please refer to ECISS Information Circular No. 1 available from the national Standardization Institution in your country (in the United Kingdom: British Standards Institution, 2 Park Street, London W1A 2BS).

Weitere Angaben über die Herstellung und Zertifizierung dieser europäischen Referenzmaterialien (EURONORM-ZRM) sowie die Bezugsmöglichkeiten finden sich in der Mitteilung Nr. 1 der ECISS zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen (in Deutschland bei der Beuth-Verlag GmbH, Burggrafenstrasse 4-10, BERLIN 30).