

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. 687-1
(Eisenoxid Fe₂O₃, Lurgi)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Nr.	Fe	Si	Ca	Mg	Al	Ti	Mn	P	Na	K	Cl	Cr	Cu	Mo	Ni	Sn	Zn	Fe(II)	Cl _{lsgl.}	Co	Pb
1	69,350	0,0133	0,0091	0,00133	0,0317	-----	0,1582	0,0107	-----	0,00060	0,0142	0,0202	0,00218	0,00145	0,0098	0,00041	0,0045	0,0500	0,0011	0,00090	0,00018
2	69,415	0,0137	0,0093	0,00136	0,0322	0,0287	0,1586	0,0112	0,00243	0,00060	0,0143	0,0207	0,00220	0,00157	0,0100	0,00041	0,0046	0,0692	0,0103	0,00105	0,00023
3	69,428	0,0138	0,0095	0,00147	0,0333	0,0293	0,1590	0,0112	0,00248	0,00070	0,0150	0,0216	0,00228	0,00168	0,0107	0,00044	0,0046	0,1075	0,0110	0,00106	0,00023
4	69,454	0,0140	0,0097	0,00153	0,0348	0,0296	0,1622	0,0114	0,00253	0,00073	0,0150	0,0217	0,00240	0,00180	0,0115	0,00048	0,0048			0,00125	0,00033
5	69,498	0,0148	0,0098	0,00155	0,0352	-----	0,1624	0,0114	0,00260	0,00085	0,0153	0,0220	0,00248	0,00185	0,0117	0,00053	0,0048			0,00135	0,00045
6	69,534	0,0150	0,0098	0,00160	0,0352	0,0300	0,1634	0,0119	0,00268	0,00110	0,0163	0,0220	-----	0,00198	0,0120	0,00055	0,0049			0,00150	0,00050
7	69,678	0,0152	0,0104	0,00163	0,0356	0,0300	0,1644	0,0120	0,00270	0,00113	0,0166	0,0221	0,00293	0,00198	0,0120	0,00055	0,0049			0,00150	0,00055
8	69,717	0,0152	0,0111	0,00165	0,0357	0,0303	0,1656	0,0120	0,00291	0,00116	0,0175	0,0228	0,00295	0,00208	0,0122	0,00055	0,0051			0,00153	0,00057
9	69,725	0,0154	0,0112	0,00168	0,0358	0,0303	0,1658	0,0122	0,00300	0,00120	0,0193	0,0231	0,00300	0,00210	0,0123	0,00060	0,0052			0,00153	
10	69,740	0,0170	0,0127	0,00170	0,0364	0,0304	0,1661	0,0122	0,00300	0,00125	0,0201	0,0231	0,00309	0,00215	0,0124	0,00070	0,0053			0,00158	
11	69,743	0,0172	0,0132	0,00170	0,0365	0,0304	0,1664	0,0123	0,00313	0,00130	0,0208	0,0231	0,00318	0,00217	0,0127	0,00070	-----			0,00173	
12	69,785	0,0172	0,0134	0,00170	0,0370	0,0305	0,1668	0,0123	0,00333	0,00130	0,0227	0,0232	0,00323	0,00220	0,0128	0,00078	0,0055			0,00180	
13	70,016	0,0186	0,0142	0,00170	0,0373	0,0309	0,1670	0,0124	0,00365	0,00130		0,0239	0,00325	0,00225	0,0128	0,00080	0,0056			0,00205	
14	70,130	0,0190	0,0147	0,00211	0,0385	0,0310	0,1709	0,0124	0,00370	0,00134		0,0240	0,00333	0,00228	0,0132	-----	0,0057			0,00235	
15				0,00218	0,0386	0,0315	0,1718	0,0125	0,00377	-----		0,0242	0,00335	0,00228	0,0134		0,0059			0,00295	
16				0,00225		0,0315	0,1742	0,0125	0,00383	0,00155		0,0259	0,00375	0,00228	0,0136		-----				
17				0,00233			0,1753	0,0132	-----				0,00390	0,00232	0,0137		-----				
18				0,00243										0,00245							
M(M)	69,658	0,0157	0,0113	0,00177	0,0356	0,0303	0,1658	0,0120	0,00305	0,00107	0,0173	0,0227	0,00297	0,00205	0,0122	0,00058	0,0051				
s(M)	0,229	0,0019	0,0020	0,00034	0,0021	0,0008	0,0051	0,0007	0,00050	0,00031	0,0029	0,0015	0,00053	0,00028	0,0012	0,00014	0,0005				
s(w)	0,076	0,0005	0,0005	0,00007	0,0005	0,0003	0,0016	0,0003	0,00017	0,00011	0,0006	0,0004	0,00008	0,00009	0,0003	0,00006	0,0002				

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 %)

	Fe	Si	Ca	Mg	Al	Ti	Mn	P	Na	K	Cl	Cr	Cu	Mo	Ni	Sn	Zn
M(M)	69,66	0,0157	0,0113	0,0018	0,0356	0,0303	0,1658	0,0120	0,0030	0,0011	0,0173	0,0227	0,0030	0,0020	0,0122	0,0006	0,0051
C(95%)	0,14	0,0011	0,0012	0,0002	0,0012	0,0005	0,0027	0,0004	0,0003	0,0002	0,0018	0,0008	0,0003	0,0002	0,0006	0,0001	0,0003

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 ISO Guide 35:2006 sections 6.1 and 10.5.2.

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

Düsseldorf, April 2009

Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus feinen Kügelchen mit einer Teilchengröße von 250 µm - 1000 µm. Die Probe ist in Glasflaschen zu 100 g abgepackt.

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 Swerea KIMAB) 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.

Rückführbarkeit

Die Rückführbarkeit von EZRM 687-1 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

AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Bundesrepublik Deutschland)
ArcelorMittal - Dunkerque, Dunkerque (Frankreich)
ArcelorMittal, Florange (Frankreich)
ArcelorMittal, Site de Fos (Frankreich)
BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
Bayer AG, Krefeld (Bundesrepublik Deutschland)
Butterworth Laboratories, Teddington (Großbritannien)
CERAM Research Limited, Stoke-on-Trent (Großbritannien)
Corus Staal B.V., CA IJmuiden (Niederlande)
Corus Testing Solutions, Stocksbridge (Großbritannien)
Forschungs- und Qualitätszentrum Brandenburg GmbH (FQZ), Eisenhüttenstadt (Bundesrepublik Deutschland)
H.C. Starck GmbH & Co. KG, Goslar (Bundesrepublik Deutschland)
Institut für zertifizierte Referenzmaterialien, Ekaterinburg (Russland)
Luxcontrol S.A., Esch-sur-Alzette (Luxemburg)
Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)
Nordisk Industrielaboratorium AB, Avesta (Schweden)
Ovako Steel AB, Hofors (Schweden)
Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Großbritannien)
SAINT-GOBAIN PAM CRD - Centre de Recherche, Pont-à-Mousson (Frankreich)
Salzgitter Flachstahl GmbH, Salzgitter (Bundesrepublik Deutschland)
Swerea KIMAB, Stockholm (Schweden)
ThyssenKrupp Steel AG, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
voestalpine Stahl Donawitz GmbH & Co. KG, Leoben-Donawitz (Österreich)
voestalpine Stahl GmbH, Linz (Österreich)

Untersuchungsverfahren

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Fe	1, 2, 4, 11, 13 3, 6 5, 8 7 9 10, 12, 14	Maßanalyse, Kaliumdichromat-Titration nach Reduktion mit Sn(II) RFA Maßanalyse, Kaliumdichromat-Titration nach Reduktion mit Ti(III) Maßanalyse, Kaliumdichromat-Titration nach Reduktion an Silber ICP-OES Maßanalyse, Permanganometrie nach Reduktion mit Sn(II)
Si	1, 2, 3, 4, 6, 7, 9, 11, 12 5, 8, 10 13, 14	ICP-OES Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion Photometrie, Molybdänblau, Extraktion
Ca	1, 4, 5, 7, 12 2, 6, 8, 9, 10, 11, 13, 14 3	FAAS ICP-OES RFA
Mg	1, 4, 8, 9, 15 2, 6, 7, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 17, 18 3, 5	FAAS ICP-OES ICP-MS
Al	1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 6, 9	ICP-OES FAAS
Ti	2, 3, 6, 7, 9, 10, 11, 13, 14, 15 4 8 12, 16	ICP-OES Photometrie, Chromotropsäure, ohne Abtrennung RFA Photometrie, Diantipyrylmethan
Mn	1, 4, 6, 14 2 3, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 15, 16 12, 17	FAAS Photometrie, Periodat-Oxidation ICP-OES RFA
P	1, 3, 4, 7, 13, 14, 16, 17 2 5, 11, 15 6, 8 9 10, 12	ICP-OES RFA Photometrie, Vanadatомolybdatophosphat, Extraktion Photometrie, Vanadatомolybdatophosphat, ohne Extraktion ICP-MS Photometrie, Molybdänblau ohne Extraktion
Na	2, 4, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 13, 14, 15, 16 3, 5 10	FAAS ICP-OES NAA
K	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 14, 16 2, 11 13	FAAS ICP-OES NAA
Cl	1, 5, 6, 8 2, 12 3, 10 4 7 9 11	Ionenchromatographie Photometrie, Eisen(III)-thiocyanat Maßanalyse mit Ag^+ , potentiometrische Endpunkterkennung Maßanalyse, Indikation mit ionensensitiver Elektrode Coulometrische Titration RFA Fällung mit Ag^+ , Maßanalyse des Ag^+ -Überschusses mit SCN^- , visuelle Endpunkterkennung

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Cr	1, 2, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 14, 16 4, 8, 10, 15 6 12	ICP-OES FAAS ICP-MS RFA
Cu	1, 2, 4, 5, 7, 9, 11, 15, 16, 17 3, 8, 10, 12, 13 14	ICP-OES FAAS ICP-MS
Mo	1, 2, 10 3, 4, 5, 6, 7, 8, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18 9 11	ICP-MS ICP-OES Photometrie, Thiocyanat - Zinn(II)-chlorid, ohne Extraktion NAA
Ni	1 2, 4, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 17 3, 7, 14 5	ICP-MS ICP-OES FAAS RFA
Sn	1, 4, 7, 10, 11, 12 2, 3, 8, 9 5 6, 13	ICP-OES ICP-MS ETAAS FAAS
Zn	1 2, 4, 8, 9, 13, 14, 15 3, 5 6, 7, 10, 12	RFA FAAS ICP-MS ICP-OES
Fe(II)	1 2 3	Maßanalyse mit Mn(VII) nach Auflösung in Salzsäure unter CO ₂ Maßanalyse mit Cr(VI) nach Auflösung in Salzsäure unter CO ₂ Maßanalyse mit Cr(VI) im Rückstand der Eisen(III)-chlorid-Auflösung
Cl (lösl.)	1 2, 3	Photometrie, Eisen(III)-thiocyanat Maßanalyse mit Ag ⁺ , potentiometrische Endpunkterkennung
Co	1, 5, 6, 7, 8, 10, 12, 13, 15 2, 3, 4, 11, 14 9	ICP-OES FAAS ICP-MS
Pb	1, 5, 6 2 3, 4, 7, 8	ICP-OES FAAS ETAAS

Abkürzungen:

ETAAS: Elektrophoretische (Graphitrohrföfen) Atomabsorptions-Spektrometrie

FAAS: Flammen Atomabsorptions-Spektrometrie

ICP-MS: Induktiv gekoppeltes Plasma - Massenspektrometrie

ICP-OES: Induktiv gekoppeltes Plasma - Optische Emissionsspektrometrie

NAA: Neutronenaktivierungsanalyse

RFA: Röntgenfluoreszenzanalyse

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