ausverkauft / out of stock

Bundesanstalt für Materialprüfung BERLIN-DAHLEM

Max-Planck-Institut für Eisenforschung DÜSSELDORF

Staatl. Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen DORTMUND

in Verbindung mit dem

Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute

Analysen-Kontrollprobe 035 - 1 /

Für die Analysenkontrollprobe 035-1 werden auf Grund der unten aufgeführten Untersuchungsergebnisse folgende Gehalte bescheinigt:

1,310	%	Kohlenstoff	(s = 0,015 % C)
0,210	%	Silicium	(s = 0,010 % Si)
0,263	%	Mangan	(s = 0,005 % Mn)
0,0046	%	Phosphor	(s = 0,0013 % P)
0,0118	%	Schwefel	(s = 0,0015 % S)
0,026	%	Gesamtaluminium	(s = 0,002 % Al_{Σ})
0,007	%	Aluminium säureunlöslich	(s = 0,001 % Al)
0,017	%	Arsen	(s = 0,002 % As)
0,071	%	Chrom	(s = 0,004 % Cr)
0,071	%	Kupfer	(s = 0,004 % Cu)
0,006	%	Molybdän	(s = 0,002 % Mo)
0,038	%	Nickel	(s = 0,002 % Ni)
0,0075	%	Stickstoff	(s = 0,0010 % N)

Berlin - Dortmund - Düsseldorf, im November 1969

BAM Berlin-Dahlem	MPI Düsseldorf	MPA Dortmund
gez. v. Vogel	gez. Oelsen	gez. Stupp

Chemikerausschuß VDEh

gez. Koch

Die Probe enthält außerdem etwa 0,003 % Titan (Mittelwert aus 9 Laboratoriumsmittelwerten).

Untersuchende Stellen:

1 Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin Dahlem
2 Staatl. Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen, Dortmund-Aplerbeck
3 Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf
4 August Thyssen-Hütte AG, Duisburg-Hamborn
5 Hoesch AG Hüttenwerke, Dortmund
6 Klöckner-Werke AG, Georgsmarienwerke, Osnabrück
7 Mannesmann AG Hüttenwerke, Duisburg-Huckingen
8 Niederrheinische Hütte AG, Duisburg
9 Stahlwerke Südwestfalen AG, Hüttental-Geisweid
10 Daimler-Benz AG, Stuttgart-Untertürkheim

BAM 3096

U n t e r s u c h u n g s e r g e b n i s s e : (Laboratoriumsmittelwerte aus je 6 Bestimmungen)

Lab. Nr.	% C	% Si	% Mn	% P	% S	% Al $\geq$	% Al unl.	% As	% Cr	% Cu	% Mo	% Ni	% N
1(a)	1,300	0,216	0,260	0,0029	0,0124	0,0236	0,0065	0,0172	0,068	0,072	0,0060	0,039	0,0071
(b)	1,317	0,204	0,258	0,0040	0,0132			0,0173	0,072	0,072			0,0076
(c)													0,0074
2	1,326	0,204	0,259	0,0041	0,0143	0,0248	0,0065	0,0157	0,073	0,068	0,0083	0,034	0,0074
3	1,315	0,232	0,252	0,0080	0,0123	0,0238	0,0066	0,0175	0,068	0,069	0,0080	0,039	0,0096
4	1,295	0,200	0,263	0,0039	0,0097	0,0275	0,0075	0,0180	0,073	0,070	0,0060	0,037	0,0079
5(a)	1,301	0,225	0,263	0,0057	0,0118	0,0293	0,0075	0,0132	0,073	0,066	0,0054	0,040	0,0077
(b)	1,300	0,215	0,260	0,0062	0,0132								0,0087
6(a)	1,301	0,208	0,266	0,0034	0,0115	0,0241	0,0057	0,0181	0,070	0,070	0,0042	0,041	0,0079
(b)				0,0041					0,067	0,075		0,039	
7	1,298	0,201	0,263	0,0038	0,0098	0,0247	0,0078	0,0195	0,068	0,068	0,0050	0,038	0,0077
8	1,294	0,210	0,266	0,0040	0,0113	0,0266	0,0067	0,0154	0,082	0,071	0,0050	0,040	0,0062
9	1,318	0,208	0,262	0,0055	0,0090	0,0266	0,0055	0,0133	0,072	0,080	0,0035	0,036	0,0070
10(a)	1,334	0,199	0,270	0,0040	0,0124	0,0227	0,0053	0,0180	0,073	0,073	0,0060	0,036	0,0055
(b)				0,0047	0,0123					0,074			
$\bar{X}$:	1,310	0,210	0,263	0,0046	0,0118	0,0255	0,0066	0,0173	0,071	0,071	0,0057	0,038	0,0075
s :	0,015	0,010	0,005	0,0013	0,0015	0,0023	0,0009	0,0017	0,004	0,004	0,0016	0,002	0,0010

($\bar{X}$ = Gesamtmittel; s = Standardabweichung, Streuung der Laboratoriumsmittelwerte um das Gesamtmittel $\bar{X}$)

U n t e r s u c h u n g s v e r f a h r e n :

Element	Laboratorium	Verfahren
Kohlenstoff	1(a), 5(a)	Gasvolumetrische Bestimmung; Verbrennungsverfahren
	1(b), 3, 4, 5(b), 6, 8, 9, 10	Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung; Verbrennungsverfahren
	2, 7	Leitfähigkeitsdifferenz-Messung; Verbrennungsverfahren
Silicium	1(a), 3, 4, 5, 6, 7, 9, 10	Gewichtsanalytische Bestimmung; Perchlorsäure-Verfahren
	1(b), 2, 8	Photometrische Bestimmung; Molybdänblau-Verfahren, ohne Extraktion des Silikatkomplexes
Mangan	1(a), 2, 3, 4, 5(b), 6, 7, 8, 9	Photometrische Bestimmung; Perjodat-Oxydation
	1(b), 5(a), 10	Maßanalytische Bestimmung; Titration mit Arsenit-Maßlösung nach Persulfat, Silbernitrat-Oxydation
Phosphor	1(a), 2, 3, 4, 5(a), 6(a), 7, 8, 9, 10(b)	Photometrische Bestimmung; Messung des mit Methylisobutylketon extrahierten Vanadatomolybdatophosphat-Komplexes
	1(b)	Photometrische Bestimmung; Direkte Messung des Vanadatomolybdatophosphat-Komplexes (ohne Extraktion)
	5(b), 6(b)	Maßanalytische Bestimmung; Alkalimetrische Titration des Ammoniummolybdatophosphats
	10(a)	Photometrische Bestimmung; Molybdänblau-Verfahren, direkte Messung, ohne Extraktion

Element	Laboratorium	Verfahren
Schwefel	1(a), 4, 5(a), 6, 9	Alkalimetrische Bestimmung; Verbrennung im Widerstandsofen
	1(b), 10(a)	Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung; Verbrennung im Widerstandsofen
	2, 3	Leitfähigkeitsdifferenz-Messung; Verbrennung im Widerstandsofen
	5(b)	Chelatometrische Titration; Abtrennung der Sulfationen durch Adsorption an Aluminiumoxid nach oxydierendem Lösen
	8	Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung; Verbrennung im Widerstandsofen mit Keramikkartusche
	10(b)	Jodometrische Bestimmung; Verbrennung im Widerstandsofen
Gesamtaluminium	1, 2, 6, 7, 8, 9, 10	Photometrische Bestimmung; Eriochromcyanin-Verfahren
	2	Photometrische Bestimmung; Oxin-Verfahren (Extraktion des Eisens, Hg-Elektrolyse, Natronlauge-Trennung)
	3, 4	Photometrische Bestimmung; Chromazurol-S-Verfahren
Aluminium, säureunlöslich	1, 2, 6, 7, 8, 9, 10	Lösen in verdünnter Salpetersäure-Salzsäure, Filtration Photometrische Bestimmung; Eriochromcyanin-Verfahren
	2	Lösen in verdünnter Salpetersäure-Salzsäure, Filtration Photometrische Bestimmung; Oxin-Verfahren (Extraktion des Eisens, Hg-Elektrolyse, Natronlauge-Trennung)
	3, 4	Lösen in verdünnter Salpetersäure-Salzsäure, Filtration Photometrische Bestimmung; Chromazurol-S-Verfahren
Arsen	1(a), 8	Photometrische Bestimmung; Abtrennung als Arsenwasserstoff
	1(b)	Photometrische Bestimmung; Extraktion des Arsens als Bromid, Rückextraktion in die wässrige Phase, Messung als blauer Molybdatoarsenat-Komplex
	2, 3, 4, 5, 6, 7, 9, 10	Maßanalytische Bestimmung; Destillation als Halogenid und bromatometrische Titration
Chrom	1(a), 2, 3, 4, 5, 6(a), 8, 9, 10	Photometrische Bestimmung; Diphenylcarbazid-Verfahren
	1(b), 7	Maßanalytisch-potentiometrische Bestimmung; Persulfat Oxydation, Titration mit Eisen(II)-sulfatlösung
	6(b)	Maßanalytische Bestimmung; Persulfat-Oxydation, Titration mit Kaliumpermanganat-Standardlösung
Kupfer	1(a)	Photometrische Bestimmung; Messung der organischen Phase nach Extraktion mit Bleidiaethyldithiocarbamat und Chloroform
	1(b)	Photometrische Bestimmung; Oxalyldihydrazid-Verfahren
	2, 9	Photometrische Bestimmung; Direkte Messung des Dithiooxamid-Komplexes (ohne Extraktion)
	4	Photometrische Bestimmung; Biscyclohexanon-Oxalyldihydrazon-Verfahren (BCO)
	6(a), 7, 8, 10(b)	Photometrische Bestimmung; Messung des extrahierten Cuproin-Komplexes in der organischen Phase

Element	Laboratorium	Verfahren
Kupfer	6(b)	Photometrische Bestimmung - als Kupfersulfid
	10(a)	Photometrische Bestimmung; Hexazyanoferrat-Verfahren
Molybdän	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9	Photometrische Bestimmung; Extraktion der reduzierten Molybdän-Thiozyanat-Verbindung und Messung der organischen Phase
Nickel	1, 6(a), 8, 10	Photometrische Bestimmung; Diacetyldioxim-Verfahren, Messung der organischen Phase nach Extraktion des Nickelkomplexes mit Chloroform
	2, 3, 4, 6(b), 7, 9	wie oben, direkte Messung
Stickstoff	1(b), 2, 5(b), 6, 9, 10	Maßanalytische Bestimmung; Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen, Destillation mit konzentrierter Natronlauge, acidimetrische Titration
	1(a), 3, 5(a), 7, 8	Photometrische Bestimmung; Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen; Destillation mit konzentrierter Natronlauge, Neßler-Verfahren
	1(c), 4	Wärmeleitfähigkeitsmessung - Trägergasverfahren, Aufschmelzen im Graphittiegel

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

Zertifiziertes europäisches Referenzmaterial (EURONORM-ZRM)

EURONORM-ZRM Nr. 035-1 (unlegierter Stahl)

Zusätzliches Zertifikat für den Phosphorgehalt

Laboratoriumsmittelwerte
(4 Bestimmungen)
Massenanteil in %

Lfd. Nr.	P
1	0,0027
2	0,0028
3	0,0028
4	0,0028
5	0,0028
6	0,0029
7	0,0029
8	0,0029
9	0,0030
10	0,0030
11	0,0030
12	0,0031
13	0,0033
14	0,0034
15	0,0036
16	0,0038
17	0,0038
18	-
M_M	0,0031
s_M	0,0004
s_W	0,0001

ERLÄUTERNDE PRÄAMBEL ZUM REVIDIERTEN PHOSPHORGEHALT

Eines der wesentlichsten 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 Analysentechnik zum Zeitpunkt der Zertifizierung beeinflußt. Die ständig fortschreitende Verbesserung der Analysenmethoden 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, 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.

Zertifizierte Werte (Massenanteil in %)

	P
M_M	0,0031
s_M	0,0004

M_M: Mittelwert der Laboratoriumsmittelwerte
s_M: Standardabweichung der Laboratoriumsmittelwerte
s_W: Mittlere Standardabweichung innerhalb d. Laboratorien
s_b: Standardabweichung zwischen den Laboratorien

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

Die Laboratoriumsmittelwerte sind zur Aussonderung von Ausreißerwerten statistisch untersucht worden. Die mit "-" gekennzeichneten Plätze stehen für Ausreißerwerte, die nicht in die Tabelle aufgenommen wurden.

B E S C H R E I B U N G D E R P R O B E

Das Material besteht aus feinen Spänen (je 100 g in Glasflaschen abgefüllt).

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

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen (MPA NRW), Dortmund, 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 Francaise (IRSID), Frankreich, dem Bureau of Analysed Samples Ltd. (BAS), Großbritannien, 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), 1000 Berlin 45.

März 1988, (Zusatz zum Zertifikat vom November 1969)

EXPLANATORY PREAMBLE REGARDING THE REVISED PHOSPHORUS CONTENT

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 particular 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 CRMs.

PREAMBULE EXPLICATIF DE LA TENEUR REVISEE EN 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 au moment de la certification. Le 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 MRC.

U N T E R S U C H U N G S V E R F A H R E N

Element	Lfd.Nr.	Verfahren
P	1,3,4,5,7,8,10,11,12,13,14,15,17	Photometrie; Vanadatomolybdatophosphat, Extraktion
	2,6	Photometrie; Molybdänblau, Extraktion
	9	Photometrie; Molybdänblau, ohne Extraktion
	16	Plasma-Emissionsspektrometrie

T E I L N E H M E N D E L A B O R A T O R I E N

Aciéries des Ancizes, Aubert et Duval	Les Ancizes (Frankreich)
British Steel Corporation	Corby (Großbritannien)
British Steel Corporation	Port Talbot (Großbritannien)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)	Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
Eisenwerk-Gesellschaft Maximilianshütte mbH	Sulzbach-Rosenberg (Bundesrepublik Deutschland)
esch Stahl AG	Dortmund (Bundesrepublik Deutschland)
öckner Stahl GmbH, Georgsmarienwerke	Osnabrück (Bundesrepublik Deutschland)
Krupp Stahl AG	Bochum (Bundesrepublik Deutschland)
Krupp Stahl AG	Siegen (Bundesrepublik Deutschland)
Mannesmann Röhren-Werke AG	Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH	Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)
Ridsdale & Co. Ltd.	Middlesbrough (Großbritannien)
Rotherham Engineering Steels	Rotherham (Großbritannien)
Sollac	Florange (Frankreich)
Solmer	Fos sur Mer (Frankreich)
Stahlwerke Peine-Salzgitter	Salzgitter (Bundesrepublik Deutschland)
Thyssen Stahl AG	Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
Usinor Aciers	Dunkerque (Frankreich)

W E I T E R E I N F O R M A T I O N

Weitere Angaben über die Herstellung und Zertifizierung dieser Europäischen Zertifizierten 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, 1000 Berlin 30).

F U R T H E R I N F O R M A T I O N

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 UK this is the BSI, 2 Park Street, London W1A 2BS).

A U T R E I N F O R M A T I O N

Des informations complémentaires sur la fabrication et la certification des Matériaux de Référence Certifiés Européens (EURONORM-MRC) ainsi que sur les possibilitées d'approvisionnement se trouvent dans la circulaire d'information No. 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).