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

ausverkauft / out of stock

# Analysen-Kontrollprobe 131-1

Für die Analysenkontrollprobe 131-1 werden auf Grund der unten aufgeführten Untersuchungsergebnisse folgende Gehalte bescheinigt:

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0,0073 | % | Kohlenstoff | ( s = | 0,0009 | % | C ) |
| 2,614 | % | Silicium | ( s = | 0,020 | % | Si ) |
| 0,224 | % | Mangan | ( s = | 0,006 | % | Mn ) |
| 0,0575 | % | Phosphor | ( s = | 0,0021 | % | P ) |
| 0,0223 | % | Schwefel | ( s = | 0,0011 | % | S ) |
| 0,021 | % | Arsen | ( s = | 0,001 | % | As ) |
| 0,045 | % | Chrom | ( s = | 0,005 | % | Cr ) |
| 0,062 | % | Kupfer | ( s = | 0,001 | % | Cu ) |
| 0,035 | % | Nickel | ( s = | 0,003 | % | Ni ) |
| 0,0038 | % | Stickstoff | ( s = | 0,0007 | % | N ) |

Berlin - Dortmund - Düsseldorf, im April 1968

| B.A.M. Berlin-Dahlem | M.P.I. Eisenforschung Düsseldorf | Staatl. M.P.A. Dortmund |
|---|---|---|
| gez. v. Vogel | gez. Oelsen | gez. Stupp |

Chemikerausschuß VDEh

gez. Koch

**Untersuchende Stellen**

1) Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlem
2) Staatl. Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen, Dortmund-Aplerbeck
3) Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Dusseldorf
4) August Thyssen-Hütte AG, Duisburg-Hamborn
5) Fried.Krupp Hüttenwerke AG, Werk Bochum, Bochum
6) Fried.Krupp Hüttenwerke AG, Werk Rheinhausen, Rheinhausen
7) Hüttenwerk Oberhausen AG, Oberhausen
8) Mannesmann AG Hüttenwerke, Duisburg-Huckingen
9) Siemens AG, Mülheim (Ruhr)

Untersuchungsergebnisse: (Laboratoriumsmittelwerte aus je 6 Bestimmungen)

| Lab. Nr. | % C | % Si | % Mn | % P | % S | % As | % Cr | % Cu | % Ni | % N | % Sn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0,0082(a) | 2,595(a) | 0,226(a) | 0,0536(a) | 0,0213(a) | 0,021 | 0,042 | 0,063(a) | 0,035 | 0,0038 | 0,004 |
| | 0,0080(b) | 2,600(b) | 0,222(b) | 0,0569(b) | 0,0220(b) | --- | --- | 0,061(b) | --- | --- | --- |
| 2 | 0,0090 | 2,614 | 0,217 | 0,0609 | 0,0210 | 0,019 | 0,042 | 0,065 | 0,029 | 0,0030 | 0,011 |
| 3 | 0,0072 | 2,620 | 0,233 | 0,0580 | 0,0229 | 0,022 | 0,058 | 0,062 | 0,033 | 0,0024 | 0,010 |
| 4 | 0,0069 | 2,603 | 0,220 | 0,0579 | 0,0204 | 0,023 | 0,049 | 0,062 | 0,034 | 0,0042 | 0,008 |
| 5 | 0,0065 | 2,620 | 0,228 | 0,0587 | 0,0228 | 0,022 | 0,043 | 0,061 | 0,040 | 0,0044 | 0,007 |
| 6 | 0,0063 | 2,583 | 0,225 | 0,0551 | 0,0233 | 0,021 | 0,039 | 0,061 | 0,040 | 0,0042 | 0,008 |
| 7 | 0,0067 | 2,619 | 0,229 | 0,0582 | 0,0236 | 0,020 | 0,046 | 0,063 | 0,036 | 0,0036 | 0,011 |
| 8 | 0,0077 | 2,633 | 0,230 | 0,0592 | 0,0223 | 0,022 | 0,045 | 0,062 | 0,035 | 0,0038 | 0,008 |
| 9 | 0,0063 | 2,654 | 0,213(a) | 0,0565 | 0,0235 | 0,019 | 0,042(a) | 0,063(a) | 0,036(a) | 0,0045 | 0,006 |
| | --- | --- | 0,217(b) | --- | --- | --- | 0,044(b) | 0,062(b) | 0,033(b) | --- | --- |
| $\bar{X}$ | 0,0073 | 2,614 | 0,224 | 0,0575 | 0,0223 | 0,021 | 0,045 | 0,062 | 0,035 | 0,0038 | 0,008 |
| s | 0,0009 | 0,020 | 0,006 | 0,0021 | 0,0011 | 0,001 | 0,005 | 0,001 | 0,003 | 0,0007 | 0,002 |

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

Außerdem wurden vom Laboratorium 1 u. 4 0,006 % Sn polarographisch ermittelt.

Untersuchungsverfahren:

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

| Element | Laboratorium | Verfahren |
|---|---|---|
| Schwefel | 1(a), 2, 4, 5, 8 | Alkalimetrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandsofen |
| | 1(b) | Alkalimetrisch-potentiometrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandsofen |
| | 3, 6, 7 | Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandsofen |
| | 9 | Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandsofen und Keramikkartusche |
| Arsen | 1 | Photometrische Bestimmung - Extraktion des Arsens als Bromid - Rücktitration in die wässrige Phase - Messung als blauer Molybdatoarsenat-Komplex |
| | 2, 3, 4, 6, 8, 9 | Maßanalytische Bestimmung - Destillation als Halogenid und bromatometrische Titration |
| | 5 | Photometrische Bestimmung - Abtrennung als $AsH_3$ |
| | 7 | Jodometrische Bestimmung - Abtrennung als Sulfid |
| Chrom | 1, 2, 8, 9(a) | Maßanalytisch-potentiometrische Bestimmung - Persulfat-Oxydation, Titration mit Eisen(II)-sulfatlösung |
| | 3, 4, 5, 6, 7, 9(b) | Photometrische Bestimmung - Diphenylcarbazid-Verfahren |
| Kupfer | 1(a) | Photometrische Bestimmung - Messung der organischen Phase nach Extraktion mit Bleidiaethyldithiocarbamat und Chloroform |
| | 1(b), 9 (b) | Photometrische Bestimmung - Biscyclohexanonoxalyldihydrazon-Verfahren (Extraktionsverfahren) |
| | 2 | Photometrische Bestimmung - Direkte Messung des Dithiooxamid-Komplexes (ohne Extraktion) |
| | 3, 5, 6 | Photometrische Bestimmung - Messung des extrahierten Cuproin-Komplexes in der organischen Phase |
| | 4 | Photometrische Bestimmung - Biscyclohexanonoxalyldihydrazon-Verfahren |
| | 7 | Photometrische Bestimmung - Natriumdiaethyldithiocarbamat-Verfahren |
| | 9(a) | Photometrische Bestimmung - Messung des Tetrammin-Komplexes |
| Nickel | 1 | Photometrische Bestimmung - Diacetyldioxim-Verfahren - Messung der organischen Phase nach Extraktion des Nickelkomplexes mit Chloroform |
| | 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9(a) | wie oben, direkte Messung |
| | 9(b) | Gewichtsanalytische Bestimmung - Fällung und Wägung als Nickel-Diacetyldioxim-Verbindung |
| Stickstoff | 1, 2, 7, 9 | Maßanalytische Bestimmung - Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen - Destillation mit konzentrierter Natronlauge - acidimetrische Titration |
| | 3, 4, 6, 8 | Photometrische Bestimmung - Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen - Destillation mit konzentrierter Natronlauge - Nessler-Verfahren |
| | 5 | Wärmeleitfähigkeitsmessung - Trägergasverfahren, Aufschmelzen im Graphittiegel |
| Zinn | 1 | Jodometrische Titration - Abtrennung als Sulfid |
| | 2, 3, 6, 7, 8, 9 | wie zuvor, nach Reduktion mit Aluminium |
| | 4, 5 | wie zuvor, Reduktion mit Ferrum reduktum |