

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. 271-1 (Werkzeugstahl 1.2344)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Lfd. Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	Co	Cu	N	Sn
1	0,3622	0,8990	0,4233	0,0109	0,00025	4,9150	1,2290	0,1469	0,0209	-----	0,0113	0,1292	0,0127	0,0076
2	0,3634	0,8993	0,4238	0,0112	0,00028	4,9404	1,2309	0,1484	0,0209	0,0039	0,0123	0,1312	0,0129	0,0077
3	0,3649	0,9040	0,4242	0,0112	0,00028	4,9611	1,2350	0,1484	0,0210	0,0041	0,0125	0,1338	0,0131	0,0078
4	0,3655	0,9090	0,4300	0,0112	0,00030	4,9634	1,2355	0,1493	0,0213	0,0053	0,0132	0,1339	0,0133	0,0082
5	-----	0,9170	0,4302	0,0113	0,00033	4,9678	1,2363	0,1520	0,0214	0,0054	0,0133	0,1342	0,0134	0,0083
6	0,3661	0,9174	0,4325	0,0113	0,00043	4,9775	1,2375	0,1529	0,0218	0,0056	0,0135	0,1351	0,0134	0,0083
7	0,3662	0,9208	0,4333	0,0114	0,00045	4,9775	1,2383	0,1536	0,0219	0,0056	0,0137	0,1354	0,0134	0,0084
8	0,3687	0,9211	0,4362	0,0116	0,00045	4,9845	1,2435	0,1545	0,0225	0,0056	0,0137	0,1362	0,0135	0,0084
9	0,3698	0,9230	0,4363	0,0118	0,00049	4,9900	1,2442	0,1548	-----	0,0057	0,0137	0,1372	0,0136	0,0084
10	0,3698	0,9237	0,4363	0,0118	0,00050	4,9937	1,2456	0,1553	0,0226	0,0057	0,0138	0,1376	0,0137	0,0085
11	0,3698	0,9256	0,4372	0,0121	0,00052	4,9956	1,2470	0,1559	0,0237	0,0057	0,0139	0,1376	0,0139	0,0085
12	0,3714	0,9299	0,4383	0,0121	0,00057	5,0058	1,2480	0,1560	0,0239	0,0058	0,0141	0,1382	0,0139	0,0085
13	0,3726	0,9316	0,4401	0,0124	0,00059	5,0080	1,2490	0,1562	0,0240	0,0058	0,0141	0,1384	0,0140	-----
14	0,3729	0,9319	0,4408	0,0126	-----	5,0102	1,2500	0,1564	0,0249	0,0058	0,0142	0,1384	0,0142	0,0087
15	0,3735	0,9330	0,4413	0,0126	0,00063	5,0160	1,2525	0,1568	0,0254	0,0060	0,0143	0,1386	0,0143	0,0087
16	0,3744	0,9331	0,4418	-----	0,00068	5,0161	1,2545	0,1570	0,0255	0,0060	0,0146	0,1390	0,0144	0,0088
17	0,3745	0,9332	0,4424	0,0127	-----	5,0196	1,2591	0,1572	0,0255	0,0063	0,0148	0,1400	0,0147	0,0088
18	0,3750	0,9348	0,4430	0,0127	-----	5,0410	1,2621	0,1572	0,0262	0,0066	0,0149	0,1403	0,0148	0,0088
19	0,3754	0,9378	0,4435	0,0128	-----	5,0557	1,2638	0,1594	0,0273	0,0067	0,0150	0,1410	-----	0,0088
20	-----	0,9436	0,4461	0,0133	-----	5,0622	1,2716	0,1602	-----	0,0068	0,0153	0,1411	-----	0,0089
21	-----	-----	0,4465	0,0136	-----	5,0642	-----	0,1618	-----	-----	0,0154	0,1423	-----	0,0090
22	-----	-----	0,4483	-----	-----	5,0780	-----	0,1652	-----	-----	0,0154	-----	-----	-----
23	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
M(M)	0,3698	0,9234	0,4371	0,0120	0,00045	5,0020	1,2467	0,1552	0,0234	0,0057	0,0139	0,1371	0,0137	0,0084
s(M)	0,0042	0,0127	0,0073	0,0008	0,00014	0,0414	0,0115	0,0045	0,0021	0,0008	0,0010	0,0033	0,0006	0,0004
s(w)	0,0017	0,0043	0,0021	0,0003	0,00007	0,0211	0,0059	0,0013	0,0005	0,0003	0,0002	0,0009	0,0002	0,0002

Lfd. Nr.	Ti	V	W	Ca	O*	B	Nb	Zr
1	0,0017	-----	0,0043	0,00053	0,0014	0,00005	0,00025	0,00001
2	0,0018	0,8225	0,0044	0,00055	0,0017	0,00010	0,00043	0,00008
3	0,0019	0,8325	0,0045	0,00083	0,0017	0,00023	0,00044	0,00009
4	0,0019	0,8328	0,0047	0,00090	0,0018	0,00025	-----	< 0,00010
5	0,0019	0,8352	0,0047	0,00100	0,0019	0,00027	0,00068	0,00010
6	0,0020	0,8375	0,0048	0,00100	0,0020	0,00030	0,00105	0,00018
7	0,0020	0,8404	0,0050	0,00103	0,0020	< 0,00040	0,00140	< 0,00020
8	0,0020	0,8412	0,0050	0,00105	0,0021	0,00044	0,00190	0,00033
9	0,0021	0,8452	0,0051	0,00108	0,0021	< 0,00050	-----	< 0,00050
10	0,0021	0,8465	0,0052	0,00125	0,0021	0,00050	-----	< 0,00060
11	0,0022	0,8481	0,0053	-----	0,0023	0,00053	-----	-----
12	0,0023	0,8487	0,0055	-----	0,0023	-----	-----	-----
13	0,0025	0,8508	0,0056	-----	0,0023	-----	-----	-----
14	-----	0,8522	0,0063	-----	0,0024	-----	-----	-----
15	-----	0,8537	0,0065	-----	0,0024	-----	-----	-----
16	-----	0,8538	0,0071	-----	-----	-----	-----	-----
17	-----	0,8545	0,0076	-----	-----	-----	-----	-----
18	-----	0,8613	-----	-----	-----	-----	-----	-----
19	-----	0,8659	-----	-----	-----	-----	-----	-----
20	-----	0,8700	-----	-----	-----	-----	-----	-----
21	-----	0,8725	-----	-----	-----	-----	-----	-----
22	-----	0,8824	-----	-----	-----	-----	-----	-----
23	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
M(M)	0,0020	0,8499	0,0054	0,00092	0,0020	0,00005	0,00025	0,00001
s(M)	0,0003	0,0147	0,0010	0,00023	0,0003	0,00005	0,00043	0,00008
s(w)	0,0001	0,0032	0,0002	0,00010	0,0002	0,00005	0,00044	0,00009

Zusätzliche Werte zur Information:

Pb: 0,00005

Bi: 0,000014

Mg: 0,00013

Sb 0,0016; 0,0017

* Der zertifizierte Sauerstoffgehalt gilt nur für die Kompaktproben

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

$$s(b) = \sqrt{s(M)^2 - \frac{s(w)^2}{4}}$$

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	Co	Cu	N	Sn	Ti	V
M(M)	0,3698	0,923	0,437	0,0120	0,00045	5,002	1,247	0,1552	0,0234	0,0057	0,0139	0,1371	0,0137	0,0084	0,0020	0,850
C(95%)	0,0021	0,006	0,004	0,0004	0,00008	0,019	0,006	0,0020	0,0011	0,0004	0,0005	0,0015	0,0003	0,0002	0,0002	0,007

	W	Ca	O*
M(M)	0,0054	0,0009	0,0020
C(95%)	0,0005	0,0002	0,0002

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 2007

Beschreibung der Probe

Die Probe besteht aus feinen Stahlspänen (etwa 445 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 (37 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:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 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 Metallforschungsinstitutet AB) 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), Unter den Eichen 87, 12205 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.

Die feste Probe ist für die Durchführung und die Kontrolle der Kalibrierung bei Optischen Emissionsspektrometern und Röntgenspektrometern bei der Analyse ähnlichen Materials vorgesehen. Da es leichte Seigerungen in der Mitte von vergossenen Scheibenproben geben kann, sollte eine Fläche von 6 mm Durchmesser in der Mitte für Optische Emissionsspektrometrie nicht benutzt werden. 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 dieses EZRM wird durch die Anwendung entweder stöchiometrischer analytischer Techniken oder durch Methoden gesichert, die mit Primärsubstanzen kalibriert wurden.

Teilnehmende Laboratorien

AB Sandvik Materials Technology, Sandviken (Schweden)

ACERINOX SA, Algerciras (Spanien)

AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar
(Bundesrepublik Deutschland)

Allvac Ltd., Sheffield (Großbritannien)

AUBERT & DUVAL, Les Ancizes (Frankreich)

Bodycote Materials Testing, Teesside (Großbritannien)

BÖHLER Edelstahl GmbH & Co. KG, Kapfenberg
(Österreich)

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM),
Berlin (Bundesrepublik Deutschland)

CARSID SA, Marcinelle (Belgien)

C.T.I.F. Centre de Développement des Industries de Mise
en Forme des Matériaux, Sèvres (Frankreich)

Corus Testing Solutions, Stocksbridge (Großbritannien)

CRMC - INDUSTRIEL - Groupe ARCELOR, Le Creusot
(Frankreich)

EWK Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, Witten
(Bundesrepublik Deutschland)

Imphy Alloys, Imphy (Frankreich)

Korrosions- und Metallforschungsinstitutet AB,
Stockholm (Schweden)

Luxcontrol SA, Esch-sur-Alzette (Luxemburg)

Outokumpu Stainless AB, Avesta (Schweden)

Ovako Bar AB, Smedjebacken (Schweden)

Ovako Steel AB, Hofors (Schweden)

Ridsdale & Co Ltd, Middlesbrough (Großbritannien)

Saarstahl AG, Völklingen (Bundesrepublik
Deutschland)

ThyssenKrupp Stahl AG, Duisburg (Bundesrepublik
Deutschland)

Uddeholm Tooling AB, Hagfors (Schweden)

voestalpine Stahl Linz GmbH, Linz (Österreich)

Untersuchungsverfahren

Element	lfd. Nr.	Verfahren
C	1, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19	Infrarot-Absorption
	2	Maßanalyse, Acidimetrie nach Absorption in organischem Medium
	11	Coulometrie
Si	1, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 15, 19	Gravimetrie, Einrauchen mit Perchlorsäure
	2, 4, 10, 12, 13, 14, 16, 17, 20 18	ICP OES Photometrie, Molybdänblau ohne Extraktion
Mn	1, 19, 21	FAAS
	2, 4, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 22 3, 5, 6, 9, 20	ICP OES Photometrie, Periodat-Oxidation
P	1, 3, 5, 6, 7, 9, 14, 19	ICP OES
	2, 12	Photometrie, Molybdänblau, Extraktion
	4, 8, 11, 13, 17 10	Photometrie, Vanadatomoxydphosphat, Extraktion Photometrie, Vanadatomoxydphosphat, ohne Extraktion
	15, 18, 20, 21	Photometrie, Molybdänblau, ohne Extraktion
S	1	Photometrie, Methylenblau, Entwicklung von H ₂ S mit Ameisensäure und Hypophosphorsäure
	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16	Infrarot-Absorption
Cr	1, 3, 4, 5, 9, 12, 14, 15, 18, 19, 20	ICP OES
	2, 21	Maßanalyse mit Fe(II), Peroxid-Oxidation
	6, 7, 8, 10, 11, 13, 17, 22 16	Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation Maßanalyse mit Fe(II), Perchlorsäure-Oxidation
Mo	1, 2, 3, 4, 6, 7, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19, 20	ICP OES
	5, 10, 18	FAAS
	8, 9	Photometrie, Thiocyanat – Zinn(II)-chlorid, Extraktion
Ni	1, 3, 4, 5, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 19, 20, 21, 22	ICP OES
	2, 6, 9, 17, 18	FAAS
	15	Photometrie, Diacetyldioxim, Eisen-Abtrennung
Al	1, 3, 6, 10, 12, 15, 17, 18, 19	ICP OES
	2, 4, 5, 7, 8, 13, 16	FAAS ohne Abtrennung
	11	ICP-MS
	14	ETAAS
As	2, 3, 6, 8, 13, 18, 19, 20	ETAAS
	4, 5, 14, 16	ICP-MS
	7, 10	ICP OES
	9	NAA
	11	Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Abtrennung als AsH ₃
	12	ICP OES, Abtrennung als AsH ₃
	15	Photometrie, Molybdänblau, Extraktion als Halogenid
	17	AAS, Abtrennung als AsH ₃
Co	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 11, 12, 14, 16, 18, 19	ICP OES
	9, 10, 13, 17, 20, 21	FAAS
	15	ICP-MS
	22	Photometrie, Nitroso-R-Salz

Element	lfd. Nr.	Verfahren
Cu	1, 2, 4, 5, 6, 7, 11, 12, 14, 15, 18, 20, 21 3, 8, 9, 10, 13, 17, 19 16	ICP OES FAAS Photometrie, Diethyldithiocarbamat, Extraktion
N	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 18	Wärmeleitfähigkeitmessung, Aufschmelzen im Graphittiegel Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle Endpunkterkennung
Sn	1, 3, 10, 11, 17, 19, 20, 21 2, 6, 7, 9 4, 5, 8, 12, 15, 16 14 18	ICP OES ICP-MS ETAAS FAAS, Extraktion mit TOPO/KI/MIBK FAAS
Ti	1, 2, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 13 3, 8, 9	ICP OES ICP-MS
V	2, 3, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 13, 14, 15, 17, 18, 19, 22 4, 16 8, 12, 20, 21	ICP OES FAAS Maßanalyse mit Fe(II), Oxidation mit Mn(VII)
W	1, 2, 5, 7, 9, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 3, 6, 8, 10 4	ICP OES ICP-MS NAA
Ca	1, 7, 8, 10 2, 3, 4, 5, 6, 9	ICP OES FAAS
O	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15	Infrarot-Absorption, Aufschmelzen im Graphittiegel unter Helium
<i>B</i>	<i>1, 9, 11 2, 5, 7, 8 3, 6, 10 4</i>	<i>ICP OES Photometrie, Curcumin ICP-MS Photometrie, 1,1-Dianthrimid-Komplex, Destillation des Borsäuremethylesters</i>
<i>Nb</i>	<i>1, 3, 6 2, 5, 7, 8</i>	<i>ICP-MS ICP OES</i>
<i>Zr</i>	<i>1, 3, 4, 8 2, 5, 6, 7, 9, 10</i>	<i>ICP-MS ICP OES</i>
<i>Pb</i>		<i>ICP-MS</i>
<i>Bi</i>		<i>ICP-MS</i>
<i>Mg</i>		<i>FAAS</i>
<i>Sb</i>		<i>ICP-MS, ETAAS</i>

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

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 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.

Des informations complémentaires 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 le certificat se trouvent dans le Rapport CEN CR 10317 et dans la circulaire d'information No. 5 (ECISS). On peut se procurer ces deux documents auprès des organismes de normalisation ou auprès du CEN, Bruxelles (pour la France: AFNOR, 11, avenue Francis de Pressené, 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 en haut de 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 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 statistik information, som angivits i detta certifikat, refereras till CEN-rapport CR 10317 och till informationscirkulär Nr 5 (ECISS) från den nationella standardiseringsorganisation eller från CEN, Bryssel. (I Sverige är det SIS, S:t Paulsgatan 6, SE-118 80 Stockholm, i Finland är det SFS, PL 114, FIN-002 41, Helsinki, i Danmark är det DS, Kollegievej 6, DK-Charlottenlund 2920, i Norge är det NSF, Drammensveien 145 A, Postboks 353 Skøyen, NO-0213 Oslo, på Island är det STRI, Holtagarðar, IS-104 Reykjavík).

Ytterligare information och rådfrågan om detta eller andra Certifierade Referensmaterial/Referensmaterial, producerade av German CRM working group kan erhållas från angiven adress på certifikatets enligt ovan.

Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl"

Die Arbeitsgemeinschaft wird gebildet aus:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 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

ECISS
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN- UND STAHLNORMUNG
COMITE EUROPEEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER
EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION
European Certified Reference Material (EURONORM-CRM)
Certificate of Chemical Analysis

EURONORM-CRM No. 271-1 (toolsteel 1.2344)

LABORATORY MEANS (4 values), mass content in %

Line No.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	Co	Cu	N	Sn
1	0,3622	0,8990	0,4233	0,0109	0,00025	4,9150	1,2290	0,1469	0,0209	-----	0,0113	0,1292	0,0127	0,0076
2	0,3634	0,8993	0,4238	0,0112	0,00028	4,9404	1,2309	0,1484	0,0209	0,0039	0,0123	0,1312	0,0129	0,0077
3	0,3649	0,9040	0,4242	0,0112	0,00028	4,9611	1,2350	0,1484	0,0210	0,0041	0,0125	0,1338	0,0131	0,0078
4	0,3655	0,9090	0,4300	0,0112	0,00030	4,9634	1,2355	0,1493	0,0213	0,0053	0,0132	0,1339	0,0133	0,0082
5	-----	0,9170	0,4302	0,0113	0,00033	4,9678	1,2363	0,1520	0,0214	0,0054	0,0133	0,1342	0,0134	0,0083
6	0,3661	0,9174	0,4325	0,0113	0,00043	4,9775	1,2375	0,1529	0,0218	0,0056	0,0135	0,1351	0,0134	0,0083
7	0,3662	0,9208	0,4333	0,0114	0,00045	4,9775	1,2383	0,1536	0,0219	0,0056	0,0137	0,1354	0,0134	0,0084
8	0,3687	0,9211	0,4362	0,0116	0,00045	4,9845	1,2435	0,1545	0,0225	0,0056	0,0137	0,1362	0,0135	0,0084
9	0,3698	0,9230	0,4363	0,0118	0,00049	4,9900	1,2442	0,1548	-----	0,0057	0,0137	0,1372	0,0136	0,0084
10	0,3698	0,9237	0,4363	0,0118	0,00050	4,9937	1,2456	0,1553	0,0226	0,0057	0,0138	0,1376	0,0137	0,0085
11	0,3698	0,9256	0,4372	0,0121	0,00052	4,9956	1,2470	0,1559	0,0237	0,0057	0,0139	0,1376	0,0139	0,0085
12	0,3714	0,9299	0,4383	0,0121	0,00057	5,0058	1,2480	0,1560	0,0239	0,0058	0,0141	0,1382	0,0139	0,0085
13	0,3726	0,9316	0,4401	0,0124	0,00059	5,0080	1,2490	0,1562	0,0240	0,0058	0,0141	0,1384	0,0140	-----
14	0,3729	0,9319	0,4408	0,0126	-----	5,0102	1,2500	0,1564	0,0249	0,0058	0,0142	0,1384	0,0142	0,0087
15	0,3735	0,9330	0,4413	0,0126	0,00063	5,0160	1,2525	0,1568	0,0254	0,0060	0,0143	0,1386	0,0143	0,0087
16	0,3744	0,9331	0,4418	-----	0,00068	5,0161	1,2545	0,1570	0,0255	0,0060	0,0146	0,1390	0,0144	0,0088
17	0,3745	0,9332	0,4424	0,0127	-----	5,0196	1,2591	0,1572	0,0255	0,0063	0,0148	0,1400	0,0147	0,0088
18	0,3750	0,9348	0,4430	0,0127	-----	5,0410	1,2621	0,1572	0,0262	0,0066	0,0149	0,1403	0,0148	0,0088
19	0,3754	0,9378	0,4435	0,0128	-----	5,0557	1,2638	0,1594	0,0273	0,0067	0,0150	0,1410	-----	0,0088
20	-----	0,9436	0,4461	0,0133	-----	5,0622	1,2716	0,1602	-----	0,0068	0,0153	0,1411	-----	0,0089
21	-----	-----	0,4465	0,0136	-----	5,0642	-----	0,1618	-----	-----	0,0154	0,1423	-----	0,0090
22	-----	-----	0,4483	-----	-----	5,0780	-----	0,1652	-----	-----	0,0154	-----	-----	-----
23	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
M(M)	0,3698	0,9234	0,4371	0,0120	0,00045	5,0020	1,2467	0,1552	0,0234	0,0057	0,0139	0,1371	0,0137	0,0084
s(M)	0,0042	0,0127	0,0073	0,0008	0,00014	0,0414	0,0115	0,0045	0,0021	0,0008	0,0010	0,0033	0,0006	0,0004
s(w)	0,0017	0,0043	0,0021	0,0003	0,00007	0,0211	0,0059	0,0013	0,0005	0,0003	0,0002	0,0009	0,0002	0,0002

Line No.	Ti	V	W	Ca	O*	B	Nb	Zr
1	0,0017	-----	0,0043	0,00053	0,0014	<i>0,00005</i>	<i>0,00025</i>	<i>0,00001</i>
2	0,0018	0,8225	0,0044	0,00055	0,0017	<i>0,00010</i>	<i>0,00043</i>	<i>0,00008</i>
3	0,0019	0,8325	0,0045	0,00083	0,0017	<i>0,00023</i>	<i>0,00044</i>	<i>0,00009</i>
4	0,0019	0,8328	0,0047	0,00090	0,0018	<i>0,00025</i>	-----	< <i>0,00010</i>
5	0,0019	0,8352	0,0047	0,00100	0,0019	<i>0,00027</i>	<i>0,00068</i>	<i>0,00010</i>
6	0,0020	0,8375	0,0048	0,00100	0,0020	<i>0,00030</i>	<i>0,00105</i>	<i>0,00018</i>
7	0,0020	0,8404	0,0050	0,00103	0,0020	< <i>0,00040</i>	<i>0,00140</i>	< <i>0,00020</i>
8	0,0020	0,8412	0,0050	0,00105	0,0021	<i>0,00044</i>	<i>0,00190</i>	<i>0,00033</i>
9	0,0021	0,8452	0,0051	0,00108	0,0021	< <i>0,00050</i>	-----	< <i>0,00050</i>
10	0,0021	0,8465	0,0052	0,00125	0,0021	<i>0,00050</i>	-----	< <i>0,00060</i>
11	0,0022	0,8481	0,0053	-----	0,0023	<i>0,00053</i>	-----	-----
12	0,0023	0,8487	0,0055	-----	0,0023	-----	-----	-----
13	0,0025	0,8508	0,0056	-----	0,0023	-----	-----	-----
14	-----	0,8522	0,0063	-----	0,0024	-----	-----	-----
15	-----	0,8537	0,0065	-----	0,0024	-----	-----	-----
16	-----	0,8538	0,0071	-----	-----	-----	-----	-----
17	-----	0,8545	0,0076	-----	-----	-----	-----	-----
18	-----	0,8613	-----	-----	-----	-----	-----	-----
19	-----	0,8659	-----	-----	-----	-----	-----	-----
20	-----	0,8700	-----	-----	-----	-----	-----	-----
21	-----	0,8725	-----	-----	-----	-----	-----	-----
22	-----	0,8824	-----	-----	-----	-----	-----	-----
23	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
M(M)	0,0020	0,8499	0,0054	0,00092	0,0020	-----	-----	-----
s(M)	0,0003	0,0147	0,0010	0,00023	0,0003	-----	-----	-----
s(w)	0,0002	0,0032	0,0002	0,00010	0,0002	-----	-----	-----

Additional values for information:

Pb: 0,00005

Bi: 0,000014

Mg: 0,00013

Sb 0,0016; 0,0017

* The certified mass content for oxygen only applies to the disc sample

M(M) : Mean of the laboratory means

s(M) : Standard deviation of the laboratory means

s(b) : Interlaboratory standard deviation

s(w) : Intralaboratory standard deviation

$$s(b) = \sqrt{s(M)^2 - \frac{s(w)^2}{4}}$$

The laboratory mean values have been examined statistically to eliminate outlying values. Where a "-----" appears in the table it indicates that an outlying value has been omitted by either the Cochran or Grubbs test. Values given in *italic* type are for information only.

CERTIFIED VALUES, mass content in %

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	As	Co	Cu	N	Sn	Ti	V
M(M)	0,3698	0,923	0,437	0,0120	0,00045	5,002	1,247	0,1552	0,0234	0,0057	0,0139	0,1371	0,0137	0,0084	0,0020	0,850
C(95%)	0,0021	0,006	0,004	0,0004	0,00008	0,019	0,006	0,0020	0,0011	0,0004	0,0005	0,0015	0,0003	0,0002	0,0002	0,007

	W	Ca	O*
M(M)	0,0054	0,0009	0,0020
C(95%)	0,0005	0,0002	0,0002

C(95%) is the half-width confidence interval where t is the appropriate Student's t value and n is the number of acceptable laboratory means. For further information regarding the confidence interval for the certified value see ISO Guide 35:2006 sections 6.1 and 10.5.2.

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

Düsseldorf, March 2007

Description of the sample

The sample is available in the form of fine steel chips (approx. 445 pieces per g) from which the fines passing a 0,4 mm high-grade steel sieve have been removed. The chemical analysis has been carried out on these steel chips. It is supplied in glass bottles containing 100 g. It is also supplied in the form of 37 mm dia discs (25 mm thick).

This reference material was prepared in accordance with the recommendations set out in ISO Guides 30 – 35 and issued by the German Iron and Steel CRM Working Group on behalf of the Iron and Steel Nomenclature Co-Ordinating Committee (COCOR) and the European Committee for Iron and Steel Standardization (ECISS).

The German Iron and Steel CRM Working Group is composed of Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPI), Düsseldorf
Stahlindustrie VDEh (Committee of chemists), Düsseldorf (management for the working group)

The certification was carried out by the association of European Certified Reference Material Producers (EURONORM-CRM) after approval of its members: Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID), Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux (CTIF), France, Bureau of Analysed Samples Ltd. (BAS), UK, Jernkontoret, Korrosions- och Metallforskningsinstitutet AB (Nordic CRM Working Group) and the above mentioned German Iron and Steel CRM Working Group and all participating laboratories.

Sale of the reference material: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin.

Intended Use and Stability

The chip sample ECRM 271-1 (C) is intended for the verification of analytical methods, such as those used by the participating laboratories, for the calibration of analytical instruments in cases where the calibration with primary substances (pure stoichiometric metals or compounds) is not possible, and for establishing values for secondary reference materials. It will remain stable, provided that the bottle remains sealed and is stored in a cool and dry atmosphere. When the bottle has been opened the lid should be secured immediately after use. If the contents should become discoloured (eg. oxidised) due to atmospheric contamination they should be discarded.

The disc sample ECRM 271-1 (D) is intended for establishing and checking the calibration of Optical Emission and X-Ray Spectrometers for the analysis of samples of similar materials. Since segregations in the centre of the discs are possible due to the production process, an area of approx. 6 mm diameter should not be used for Optical Emission Spectrometry. The "as received" working surface of the sample should be finished before use to remove any protective coating. It will remain stable provided that it is not subjected to excessive heat (eg. during preparation of the working surface).

Traceability

The traceability of this ECRM is ensured by the use of either stoichiometric analytical techniques or methods which are calibrated against primary substances (pure stoichiometric metals or compounds).

Participating Laboratories

AB Sandvik Materials Technology, Sandviken (Sweden)
ACERINOX SA, Algerciras (Spain)
AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen/Saar (Germany)
Allvac Ltd., Sheffield (United Kingdom)
AUBERT & DUVAL, Les Ancizes (France)
Bodycote Materials Testing, Teesside (United Kingdom)
BÖHLER Edelstahl GmbH & Co. KG, Kapfenberg (Austria)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Germany)
CARSID SA, Marcinelle (Belgien)
C.T.I.F. Centre de Développement des Industries de Mise en Forme des Matériaux, Sèvres (France)
Corus Testing Solutions, Stocksbridge (United Kingdom)
CRMC - INDUSTRIEL - Groupe ARCELOR, Le Creusot (France)

EWK Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, Witten (Germany)
Imphy Alloys, Imphy (Frankreich)
Korrosions- och Metallforskningsinstitutet AB, Stockholm (Sweden)
Luxcontrol SA, Esch-sur-Alzette (Luxembourg)
Outokumpu Stainless AB, Avesta (Sweden)
Ovako Bar AB, Smedjebacken (Sweden)
Ovako Steel AB, Hofors (Sweden)
Ridsdale & Co Ltd, Middlesbrough (United Kingdom)
Saarstahl AG, Völklingen (Germany)
ThyssenKrupp Stahl AG, Duisburg (Germany)
Uddeholm Tooling AB, Hagfors (Sweden)
voestalpine Stahl Linz GmbH, Linz (Austria)

Methods Used

Element	Line number	Method
C	1, 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19	Infrared absorption
	2	Non-aqueous titration after absorption in organic solvent
	11	Coulometric titration
Si	1, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 15, 19	Gravimetry, dehydration with perchloric acid
	2, 4, 10, 12, 13, 14, 16, 17, 20	ICP OES
	18	MAS, molybdenum blue, without extraction
Mn	1, 19, 21	FAAS
	2, 4, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 22	ICP OES
	3, 5, 6, 9, 20	MAS, periodate oxidation
P	1, 3, 5, 6, 7, 9, 14, 19	ICP OES
	2, 12	MAS, molybdenum blue, extraction
	4, 8, 11, 13, 17	MAS, phosphovanadomolybdate, extraction
	10	MAS, phosphovanadomolybdate, without extraction
	15, 18, 20, 21	MAS, molybdenum blue, without extraction
S	1	MAS, methylene blue, evolution as H ₂ S in hypophosphoric and formic acid medium
	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16	Infrared absorption
Cr	1, 3, 4, 5, 9, 12, 14, 15, 18, 19, 20	ICP OES
	2, 21	Titration with Fe(II), oxidation with peroxide
	6, 7, 8, 10, 11, 13, 17, 22	Titration with Fe(II), oxidation with persulphate
	16	Titration with Fe(II), oxidation with perchloric acid
Mo	1, 2, 3, 4, 6, 7, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19, 20	ICP OES
	5, 10, 18	FAAS
	8, 9	MAS, thiocyanate in presence of Sn(II), extraction
Ni	1, 3, 4, 5, 7, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 19, 20, 21, 22	ICP OES
	2, 6, 9, 17, 18	FAAS
	15	MAS, dimethylglyoxime, iron separation
Al	1, 3, 6, 10, 12, 15, 17, 18, 19	ICP OES
	2, 4, 5, 7, 8, 13, 16	FAAS without separation
	11	ICP-MS
	14	ETAAS
As	2, 3, 6, 8, 13, 18, 19, 20	ETAAS
	4, 5, 14, 16	ICP-MS
	7, 10	ICP OES
	9	NAA
	11	MAS, diethyldithiocarbamate, separation as arsine
	12	ICP OES, separation as arsine
	15	MAS, molybdenum blue, halide extraction
	17	AAS, separation as arsine
Co	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 11, 12, 14, 16, 18, 19	ICP OES
	9, 10, 13, 17, 20, 21	FAAS
	15	ICP-MS
	22	MAS, nitroso R salt
Cu	1, 2, 4, 5, 6, 7, 11, 12, 14, 15, 18, 20, 21	ICP OES
	3, 8, 9, 10, 13, 17, 19	FAAS
	16	MAS, diethyldithiocarbamate, extraction

Element	Line number	Method
N	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 18	Thermal conductivity, decomposition in graphite crucible Acidimetric titration after distillation, visual end point
Sn	1, 3, 10, 11, 17, 19, 20, 21 2, 6, 7, 9 4, 5, 8, 12, 15, 16 14 18	ICP OES ICP-MS ETAAS FAAS, extraction with TOPO/KI/MIBK FAAS
Ti	1, 2, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12, 13 3, 8, 9	ICP OES ICP-MS
V	2, 3, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 13, 14, 15, 17, 18, 19, 22 4, 16 8, 12, 20, 21	ICP OES FAAS Titration with Fe(II), oxidation with Mn(VII)
W	1, 2, 5, 7, 9, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17 3, 6, 8, 10 4	ICP OES ICP-MS NAA
Ca	1, 7, 8, 10 2, 3, 4, 5, 6, 9	ICP OES FAAS
O	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15	Infrared absorption measurement, reduction fusion under helium
<i>B</i>	1, 9, 11 2, 5, 7, 8 3, 6, 10 4	<i>ICP OES</i> <i>MAS, curcumin</i> <i>ICP-MS</i> <i>MAS, 1-1 dianthrimide, distillation of methyl boric acid ester</i>
<i>Nb</i>	1, 3, 6 2, 5, 7, 8	<i>ICP-MS</i> <i>ICP OES</i>
<i>Zr</i>	1, 3, 4, 8 2, 5, 6, 7, 9, 10	<i>ICP-MS</i> <i>ICP OES</i>
<i>Pb</i>		<i>ICP-MS</i>
<i>Bi</i>		<i>ICP-MS</i>
<i>Mg</i>		<i>FAAS</i>
<i>Sb</i>		<i>ICP-MS, ETAAS</i>

Abbreviations:

AAS	Atomic absorption spectrometry
ETAAS	Electrothermal atomic absorption spectrometry
FAAS:	Flame atomic absorption spectrometry
ICP-MS:	Inductively coupled plasma – mass spectrometry
ICP OES:	Inductively coupled plasma – optical emission spectrometry
MAS:	Molecular absorption spectrometry
NAA:	Neutron activation analysis

Further Information

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 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.

Angaben über Herstellung, Zertifizierung und Bezugsmöglichkeiten dieser Europäischen Zertifizierten Referenzmaterialien (EURONORM-ZRM) sowie über die Anwendungen der in diesem Zertifikat enthaltenen statistischen Daten 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.

Des informations complémentaires 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 le certificat se trouvent dans le Rapport CEN CR 10317 et dans la circulaire d'information No. 5 (ECISS). On peut se procurer ces deux documents auprès des organismes de normalisation ou auprès du CEN, Bruxelles (pour la France: AFNOR, 11, avenue Francis de Pressené, 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 en haut de ce Certificat.

För information angående tillverkning, certifiering och distribuering av dessa europeiska certifierade referensmaterial (EURONORM CRM) och för användning av statistik information, som angivits i detta certifikat, refereras till CEN-rapport CR 10317 och till informationscirkulär Nr 5 (ECISS) från den nationella standardiseringsorganisation eller från CEN, Bryssel. (I Sverige är det SIS, S:t Paulsgatan 6, SE-118 80 Stockholm, i Finland är det SFS, PL 114, FIN-002 41, Helsinki, i Danmark är det DS, Kollegievej 6, DK-Charlottenlund 2920, i Norge är det NSF, Drammensveien 145 A, Postboks 353 Skøyen, NO-0213 Oslo, på Island är det STRI, Holtagarðar, IS-104 Reykjavík).

Ytterligare information och rådfrågan om detta eller andra Certifierade Referensmaterial/Referensmaterial, producerade av German CRM working group kan erhållas från angiven adress på certifikatets enligt ovan.

The German Iron and Steel CRM Working Group

The Working Group is composed of

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH (MPI), Düsseldorf

Stahlindustrie VDEh (Committee of chemists), Düsseldorf (management for the working group)

Dr. Bernd - Josef Schlothmann
Stahlinstitut VDEh (Committee of chemists)
management for the working group