

EURONORM-ZRM

Bundesanstalt für
Materialforschung und -prüfung
BERLIN-DAHLEM

Max-Planck-Institut
für Eisenforschung
DUSSELDORF

Staatl. Materialprüfungsamt
Nordrhein-Westfalen
DORTMUND

in Verbindung mit dem

Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute

Analysen-Kontrollprobe 130-1 /

Für die Analysenkontrollprobe 130-1/ werden auf Grund der unten aufgeführten Untersuchungsergebnisse folgende Gehalte bescheinigt:

0,546	% Kohlenstoff	(s = 0,005	% C)
0,313	% Silicium	(s = 0,006	% Si)
1,593	% Mangan	(s = 0,009	% Mn)
0,0209	% Phosphor	(s = 0,0017	% P)
0,0158	% Schwefel	(s = 0,0011	% S)
0,0167	% Arsen	(s = 0,0011	% As)
0,072	% Kupfer	(s = 0,003	% Cu)
0,0093	% Stickstoff	(s = 0,0008	% N)

Berlin - Dortmund - Düsseldorf, im April 1968

B.A.M.
Berlin-Dahlem
gez. v. Vogel

M.P.I. Eisenforschung
Düsseldorf
gez. Oelsen

Staatl. M.P.A.
Dortmund
gez. Stupp

Chemikerausschuß VDEh
gez. Koch

Untersuchende Stellen:

- 1) Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
- 2) Staatl. Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen, Dortmund-Aplerbeck
- 3) Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf
- 4) August Thyssen-Hütte AG, Duisburg-Hamborn
- 5) Fried. Krupp Hüttenwerke AG, Werk: Rheinhausen, Rheinhausen
- 6) Hüttenwerk Oberhausen AG, Oberhausen
- 7) Mannesmann AG Hüttenwerke, Duisburg-Huckingen
- 8) Neunkircher Eisenwerk AG, Neunkirchen (Saar)
- 9) Deutsche Bundesbahn, Bundesbahnsentralamt Minden, Minden

Untersuchungsergebnisse: (Laboratoriumsmittelwerte aus je 6 Bestimmungen)

Lab. Nr.	% C	% Si	% Mn	% P	% S	% As	% Cu	% N
1	0,545(a)	0,310(a)	1,607(a)	0,0205(a)	0,0164(a)	0,0159	0,072(a)	0,0104(a)
	0,535(b)	0,307(b)	1,580(b)	0,0238(b)	0,0161(b)	—	0,071(b)	0,0099(b)
2	0,550	0,323	1,589	0,0208	0,0157	0,0169	0,075	0,0093
3	0,549	0,305	1,583	0,0185	0,0174	0,0162	0,071	0,0091
4	0,541	0,312	1,583	0,0209	0,0152	0,0182	0,074	0,0086
5	0,552	0,308	1,591	0,0193	0,0162	0,0160	0,073	0,0093
6	0,545	0,313	1,607	0,0230	0,0165	0,0152	0,075	0,0087
7	0,549	0,318	1,597	0,0215	0,0165	0,0175	0,072	0,0082
8	0,542	0,312	1,595	0,0200	0,0140	0,0178	0,065	0,0104
9	0,550	0,320	1,593	—	0,0140	—	—	—
\bar{x}	0,546	0,313	1,593	0,0209	0,0158	0,0167	0,072	0,0093
s	0,005	0,006	0,009	0,0017	0,0011	0,0011	0,003	0,0008

\bar{x} = Gesamtmittel; s = Standardabweichung, Streuung der Laboratoriumsmittelwerte um das Gesamtmittel \bar{x}
 Außerdem wurden vom Laboratorium 1 folgende Gehalte ermittelt:
 0,032 % Cr; 0,003 % V; 0,031 % Ni; 0,003 % Al u. vom Laboratorium 1 u. 4
 0,006 % Sn (polarographisch)

Untersuchungsverfahren:

Element	Laboratorium	Verfahren
Kohlenstoff	1(a), 9	Gasvolumetrische Bestimmung - Verbrennungsverfahren
	1(b), 4, 5, 6, 8	Joulometrisch-potentiometrische Bestimmung - Verbrennungsverfahren
	2, 3, 7	Bestimmung durch Leitfähigkeitsdifferenz-Messung - Verbrennungsverfahren
Silicium	1(b), 6	Gewichtsanalytische Bestimmung - Salzsäure-Verfahren
	1(a), 3, 4, 5, 7, 8, 9	Gewichtsanalytische Bestimmung - Perchlorsäure-Verfahren
	2	Photometrische Bestimmung - Molybdänblau-Verfahren - ohne Extraktion des Silikatkomplexes
Mangan	1(a), 2, 3, 4, 5, 6, 8	Photometrische Bestimmung - Perjodat-Oxydation
	1(b)	Maßanalytisch-potentiometrische Bestimmung - Permanganometrische Titration in Gegenwart von Pyrophosphat
	7	Photometrische Bestimmung - Persulfat-Silbernitrat-Oxydation
	9	Maßanalytische Bestimmung - Titration mit Arsenit-Maßlösung nach Persulfat-Silbernitrat-Oxydation
Phosphor	1(a), 2, 3, 4, 7, 8	Photometrische Bestimmung - Messung des mit Methylisobutylketon extrahierten Vanadatomolybdato-phosphat-Komplexes
	1(b)	Photometrische Bestimmung - Direkte Messung des Vanadatomolybdato-phosphat-Komplexes (ohne Extraktion)
	5	Photometrische Bestimmung - Molybdänblau-Verfahren, direkte Messung, ohne Extraktion
	6	Maßanalytische Bestimmung - Alkalimetrische Titration des Ammonium-molybdato-phosphats

Element	Laboratorium	Verfahren
Schwefel	1(a), 4, 8, 9	Alkalimetrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandssofen
	1(b), 2, 5, 6,	Coulometrisch-potentiometrische Bestimmung - Verbrennung im Widerstandssofen
	2, 7	Bestimmung durch Leitfähigkeitsdifferenz-Messung - Verbrennung im Widerstandssofen
Arsen	1	Photometrische Bestimmung - Extraktion des Arsens als Bromid - Rückextraktion in die wässrige Phase - Messung als blauer Molybdatarsenat-Komplex
	2, 3, 4, 5, 7, 8	Maßanalytische Bestimmung - Destillation als Halogenid und bromatometrische Titration
	6	Jodometrische Bestimmung - Abtrennung als Sulfid
Kupfer	1(a)	Photometrische Bestimmung - Messung der organischen Phase nach Extraktion mit Bleidiäthylthiocarbamat und Chloroform
	1(b), 4, 8	Photometrische Bestimmung - Biscyclohexanonoxalyldihydrason-Verfahren
	2, 3, 7	Photometrische Bestimmung - Direkte Messung des Dithiooxamidkomplexes (ohne Extraktion)
	5	Photometrische Bestimmung - Messung des extrahierten Cuproin-Komplexes in der organischen Phase
	6	Photometrische Bestimmung - Natriumdiäthylthiocarbamat-Verfahren
Stickstoff	1(b), 2, 6, 8	Maßanalytische Bestimmung - Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen - Destillation mit konzentrierter Natronlauge - acidimetrische Titration
	1(a), 3, 4, 5	Photometrische Bestimmung - Lösen in verdünnter Säure, Eindampfen mit Schwefelsäure zum Rauchen - Destillation mit konzentrierter Natronlauge - Nessler-Verfahren

Bundesanstalt für
Materialprüfung
BERLIN-DAHLEM

Max-Planck-Institut
für Eisenforschung
DUSSELDORF

Staatl. Materialprüfungsamt
Nordrhein-Westfalen
DORTMUND

in Verbindung mit dem

Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute

Z U S A T Z - A T T E S T

Analysen-Kontrollprobe 130-1 / 

Für die Analysenkontrollprobe "130-1" werden auf Grund der unten aufgeführten Untersuchungsergebnisse folgende Gehalte bescheinigt:

0,003₇ % Gesamtaluminium (s = 0,0005 % Al)

0,001₉ % säurelösliches Aluminium (s = 0,0006 % Al)

Berlin - Dortmund - Düsseldorf, im August 1973

BAM
Berlin-Dahlen
gez. Pohl

MPI
Düsseldorf
gez. Engell

HPA
Dortmund
gez. Stupp

Chemikerausschuß VDEh
gez. König

Beteiligte Laboratorien:

(alphabetische Reihenfolge)

August Thyssen-Hütte AG, Duisburg-Hamborn
Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlen
Deutsche Edelstahlwerke GmbH, Krefeld

Gebr. Böhler & Co. AG, Düsseldorf-Oberkassel
Hoesch Hüttenwerke AG, Dortmund
Mannesmann AG Hüttenwerke, Duisburg-Muckingen
Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf
Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen, Dortmund-Aplerbeck
Stahlwerke Röchling-Burbach GmbH, Völklingen-Saar

Untersuchungsergebnisse (Al₂O₃ geordnet nach steigendem Wert - Werte in der Zeile gehören zusammen.)
(Laboratoriumsmittelwerte aus je 6 Bestimmungen)

	% Al _Σ	% Al säurelöslich	säureunlöslich
1	0,0031 ¹⁾	0,0014	0,0017
2	0,0032	0,0012	-
3	0,0033	-	-
4	0,0034	0,0014	-
5	0,0034	0,0014	-
6	0,0037	0,0025	-
7	0,0041	0,0024	-
8	0,0042	0,0028	-
9	0,0047	0,0019	-
10	-	0,0017	-
\bar{x} :	0,0037	0,0019	-
s:	0,0005	0,0006	-

1) Errechneter Wert.

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

Untersuchungsverfahren:

1. Gesamtaluminium

	Wert	Art bzw. Verfahren
Lösungsmittel	2, 5	1 Teil HNO ₃ (1.4) + 2 Teile HCl (1.19)
	4, 6, 7, 8, 9	110 ml HNO ₃ (1.4) + 140 ml HCl (1.19) + 750 ml H ₂ O
	10	1 Teil HNO ₃ (1.4) + 10 Teile HCl (6 n)
Filtration des säureunlöslichen Rückstandes	2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10	Engporiges Papierfilter
Aufschluß des Rückstandes	7, 8, 9, 10	Kaliumdisulfat
	2, 5	Flußsäure-Schwefelsäure und Alkalicarbonat
	4, 6	Flußsäure-Schwefelsäure und Kaliumdisulfat
Trennung vom Eisen	7	Ionenaustauscher
	2, 5	Extraktion (Isopropyläther)
	6	Extraktion (Methylisobutylketon)
	8	Maskierung des Eisens mit Thioglykolsäure, Fällung des Aluminiums mit Ammoniak (Titansalzumsatz als Fällungshilfe)