

CECA - EGKS - ECSC

COMMUNAUTÉ EUROPÉENNE DU CHARBON ET DE L'ACIER
EUROPAISCHE GEMEINSCHAFT FÜR KOHLE UND STAHL
EUROPEAN COAL AND STEEL COMMUNITY

EURO-ÉCHANTILLON-TYPE 188-1 ACIER ALLIÉ

Certificat d'analyse

Moyennes des laboratoires (4 mesures)

Ligne N°	% C	% S	% Cr
1	1,0750	0,0104	1,5147
2	1,0855	0,0105	1,5150
3	1,0862	0,0106	1,5175
4	1,0872	0,0106	1,5215
5	1,0878	0,0108	1,5250
6	1,0908	0,0108	1,5275
7	1,0910	0,0110	1,5275
8	1,0910	0,0111	1,5288
9	1,0932	0,0113	1,5325
10	1,0940	0,0114	1,5335
11	1,0955	0,0114	1,5468
12	1,0958	0,0115	1,5475
13	1,0960	0,0115	1,5490
14	1,0980	0,0115	1,5500
15	1,1010	0,0116	1,5542
16	1,1028	0,0120	1,5545
17	1,1047	0,0121	1,5572
18	1,1075	0,0121	1,5608
19	—	0,0125	1,5655
20	—	—	—
M_M	1,0935	0,0113	1,5384
s_M	0,0079	0,0006	0,0165

M_M : moyenne des moyennes des laboratoires

s_M : Écart type de la distribution des moyennes des laboratoires

Valeurs certifiées

	% C	% S	% Cr
M_M	1,094	0,0113	1,538
s_M	0,008	0,0006	0,016

Valeurs indicatives : 0,17% Mo - 0,28% Ni - 0,06% Co - 0,02% V

Pour la Commission de Coordination de la Nomenclature des Produits sidérurgiques – Commission des Communautés Européennes

Pour tous renseignements sur les Euro-échantillons-types, se reporter à la Circulaire d'Information n° 1 de la CECA, diffusée par les organismes nationaux de normalisation.

Wegen Erläuterungen über Euro-Analysenkontrollproben siehe Mitteilung Nr. 1 (2. Auflage) der EGKS. Zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen.

For information regarding the Euro-Standards, please refer to the E.C.S.C. Information Circular n° 1 available at the Institution responsible for standardization in your country.



INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDÉRURGIE FRANÇAISE

IRSID Saint-Germain-en-Laye - SEPTEMBRE 1981

Laboratoires ayant participé à l'étalonnage de l'Euro échantillon type 188-1

- ARBED, Esch sur Alzette (L)
- APV Paramount Ltd, Crawley (G.B.)
- Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM) 1000 Berlin (RFA)
- BCIRA, Birmingham (G.B.)
- Centro Sperimentale Metallurgico (CSM) Rome (I)
- Cockerill, Seraing (B)
- Creusot-Loire, 58160 Imphy (F)
- Estel Hoogovens, IJmuiden (P.B.)
- Institut de Recherches de la Sidérurgie (IRSID)
57210 Maizières-Les-Metz (F)
- Klöckner Werke, 4500 Osnabrück (RFA)
- Krupp Stahl AG, 4630 Bochum (RFA)
- Laboratoire Boudet et Dusseix, 78290 Croissy-Sur-Seine (F)
- Laboratoire National d'Essais, 75015 Paris (F)
- Ridsdale and Co Ltd, Middlesbrough (G.B.)
- Société Métallurgique Hainaut Sambre, Couillet (B)
- Société Terni, 05100 Terni (I)
- Sollac, 57190 Florange (F)
- Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen 4600
Dortmund (RFA)
- Thyssen Edelstahlwerke AG, 4150 Krefeld (RFA)
- Usinor, 54402 Longwy (F)

MÉTHODES EMPLOYÉES

188-1

Élément	Ligne n°	Méthodes
C	3 - 4 - 6 - 7 - 8 - 10 - 11 - 13 - 15 - 18 12 - 16 5 - 17 1 - 2 - 9 14	Combustion ; absorption infra-rouge Combustion ; titrage coulométrique Combustion ; conductibilité thermique Combustion ; titrage acidimétrique en milieu non aqueux Combustion ; conductimétrie
S	1 - 3 5 - 13 4 - 16 2 - 6 - 7 - 8 - 9 - 10 - 12 - 14 - 15 - 17 - 18 - 19 11	Combustion ; titrage acidimétrique, absorption dans H_2O_2 ou $AgNO_3$ Combustion ; titrage oxydo-réducteur Combustion ; conductimétrie Combustion ; absorption infra-rouge Gravimétrie de $BaSO_4$, sans séparation
Cr	10 - 14 - 15 - 16 - 17 - 18 2 - 5 - 7 - 9 - 11 - 12 1 - 4 1 - 3 - 8 - 13 - 19 6	Titration par Fe II, oxydation au persulfate, détection potentiométrique Titration par Fe II, oxydation au persulfate, détection visuelle Titration par Fe II, oxydation perchlorique, détection visuelle SAA SAM ; diphenylcarbazide

SAA : Spectrométrie d'absorption atomique

SAM: Spectrophotométrie d'absorption moléculaire

ECISS

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER
EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN-UND STAHLNORMUNG
MATÉRIAU DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉ EUROPÉEN (EURONORM-MRC)
SUPPLÉMENT AU CERTIFICAT D'ANALYSE CHIMIQUE POUR LES ÉLÉMENTS TRACES
SENSIBLES POUR L'ENVIRONNEMENT
EURONORM - MRC N° 188-1 ACIER FAIBLEMENT ALLIÉ
MOYENNES des LABORATOIRES (4 valeurs)
Teneur massique en µg/g

Ligne n°	Bi	Cd	Ga	Nb	Pb	Sb	Te	Hg	Se	Tl	Zn
1	< 0.02	< 0.01	22.42	0.96	0.01	---	< 0.10	< 0.02	0.02	0.02	0.27
2	0.04	< 0.01	22.64	1.00	< 0.10	3.10	< 0.10	< 0.05	0.45	0.04	0.49
3	0.04	0.02	22.85	1.02	< 0.10	3.63	< 0.20	< 0.10	0.97	< 0.05	0.52
4	0.05	0.02	23.58	1.03	0.10	4.04	< 0.50		< 2.00	< 0.10	0.55
5	< 0.06	0.02	23.82	1.08	0.13	4.35	0.74		< 2.00	< 0.10	0.85
6	< 0.10	< 0.10	24.60	1.15	0.14	4.38	< 1.00			< 0.10	0.89
7	< 0.10	< 0.10	25.21	1.16	0.16	4.77	< 1.00			< 0.10	0.97
8	< 0.10	< 0.20	25.75	1.32	0.18	4.82	< 1.00			0.15	< 1.00
9	< 0.10	0.28	---	1.72	< 0.20	4.90	< 1.00			< 0.20	< 1.00
10	< 0.10	0.42	27.92	1.75	0.41	5.00	< 2.00				1.19
11	0.10		28.76	2.10	0.46	5.16					1.22
12	< 0.20		29.00		0.52	5.24					1.30
13	< 0.20				< 1.00	5.25					< 2.00
14					< 1.00	5.25					2.00
15					< 1.00	5.30					3.00
16						5.97					
17						6.25					
M _M	< 0.20	< 0.50	25.14	1.30	< 1.00	4.84	< 2.00				
S _M			2.44	0.38		0.80					
S _W			0.76	0.12		0.40					

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires - S_M = écart-type de la distribution des moyennes des laboratoires

S_D = écart-type interlaboratoire

- S_W = écart-type intralaboratoire moyen

$$S_M = \sqrt{S_D^2 + \frac{S_W^2}{4}}$$

Les moyennes des laboratoires ont été examinées statistiquement pour éliminer les valeurs aberrantes.
Dans le tableau, des tirets "—" remplacent une moyenne aberrante supprimée selon les tests de Cochran ou de Grubbs.
Les teneurs en italique sont données pour information.

VALEURS CERTIFIÉES
Teneur massique en µg/g

	Bi	Cd	Ga	Nb	Pb	Sb	Te
M _M	< 0.2	< 0.5	25.1	1.3	< 1.0	4.8	< 2.0
C (95 %)			1.7	0.3		0.5	

Le demi-intervalle de confiance C (95 %) est obtenu selon : $C = \frac{t \times S_M}{\sqrt{n}}$ avec t = valeur appropriée du t de Student et n = nombre de moyennes retenues.

Pour toute information complémentaire concernant les limites de confiance des valeurs certifiées, consulter le guide ISO 35 - 1989 Paragraphe 4.

IRSID

BP 30 320 - 57 283 MAIZIERES - LES - METZ Cedex - France - Téléphone 03 87 70 40 88 - Fax 03 87 70 41 13

MAI 2000

Au nom de la Commission de Coordination de la Nomenclature des Produits Sidérurgiques (COCOR) de l'ECISS, après approbation des laboratoires participants et de l'ensemble des organismes producteurs (FRANCE : IRSID/CTIF; ALLEMAGNE : Groupe de travail pour les MRC sidérurgiques : VDEh, BAM, MPI für Eisenforschung; PAYS NORDIQUES : Groupe nordique de travail pour les MRC; ROYAUME-UNI : BAS Ltd)

EURONORM - MRC N° 188-1

DESCRIPTION DE L'ÉCHANTILLON

Échantillon sous forme divisée, conditionné en flacons de 100 g. Tranche granulométrique : 250 - 1700 µm

UTILISATION DE L'ÉCHANTILLON ET STABILITÉ

Cet EURONORM-MRC est particulièrement adapté pour la validation des résultats d'analyse par voie humide, pour l'étalonnage d'instruments tels que les analyseurs "Carbone/Soufre" lorsque l'étalonnage « absolu » n'est pas envisageable et pour la préparation de matériaux de référence secondaires.

Dès lors que chaque flacon demeure fermé et est stocké et/ou utilisé dans un environnement normal à l'abri de source de chaleur, d'atmosphère corrosive, d'humidité excessive... la composition chimique de cet EURONORM - MRC ne subit aucune évolution, quelle que soit la durée du stockage.

Il est vivement recommandé de veiller à bien refermer le flacon après chaque utilisation.

Si une modification de la couleur des copeaux est mise en évidence [oxydation due à une exposition en atmosphère agressive, par exemple], rejeter le contenu du flacon.

RACCORDEMENT

Le raccordement de cet EURONORM-MRC est assuré par la mise en oeuvre univoque de méthodes analytiques stoechiométriques ou faisant appel à des étalonnages établis à partir de métaux ou de composés purs et stoechiométriques.

LISTE DES LABORATOIRES PARTICIPANTS

AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen – Saar (Allemagne)

Acieries Aubert et Duval, Les Ancizes (France)

Allvac Ltd., Sheffield (Royaume Uni)

Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg (Autriche)

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Allemagne)

Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF), Sèvres (France)

Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid (Espagne)

Hoogovens Staal Primaire Producten, IJmuiden (Pays Bas)

phy S. A., Imphy (France)

Irsid, Maizières – les – Metz (France)

Luxcontrol S.A., Esch-sur-Alzette (Luxembourg)

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

OCAS NV, Zelzate (Belgique)

Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Royaume Uni)

Sheffield Hallam University, Materials Research Institute Sheffield

(Royaume Uni)

Sollac, Florange (France)

Sollac, Fos – sur – Mer (France)

Swedish Institute for Metals Research (SIMR), Stockholm (Suède)

Vöest Alpine Stahl Linz GmbH, Linz (Autriche)

MÉTHODES EMPLOYÉES

EURONORM - MRC 188-1

Élément	Ligne n°	Méthodes
Bi	1	SAAF de l'hydrure
	2-3-6-12-13	SAAET
	4-5-7-8-9-10-11	SEP - MS
Cd	1-2-3-4-5-6	SAAET
	7-8-10	SEP - MS
	9	SAAF
Ga	1-2-5-6-8-10-11	SEP - MS
	3-4-12	SAAET
	7	SAAF
Nb	1-2-3-4-5-6-7-8	SEP - MS
	9-10-11	SEP
Pb	1-2-6-7-9-10-13	SAAET
	3-4-5-8-12-14-15	SEP - MS
	11	SAAF
Sb	2-4-8-9-13-14-16	SAAET
	3-5-7-10-11-12-15-17	SEP - MS
	6	SAAF
Te	1-3-4-10	SAAET
	2-5-6-7-8-9	SEP - MS
Hg	1-2	SAA de la vapeur froide
	3	SEP - MS
Se	1	SAAF de l'hydrure
	2-4-5	SAAET
	3	SEP - MS
Ti	1-5-6-7-8-9	SEP - MS
	2-3-4	SAAET
Zn	1-4-5	SAAET
	2-7-8-10-11-12-13-14	SEP - MS
	3-6-9-15	SAAF

Abbreviations : SAAF : Spectrométrie d'Absorption Atomique avec Flamme

SEP : Spectrométrie d'Émission avec Plasma à couplage inductif

SAAET : Spectrométrie d'Absorption Atomique Electrothermique

SEP-MS : Spectrométrie de Masse avec Plasma à couplage inductif

INFORMATIONS COMPLÉMENTAIRES

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 les circulaires d'information n° 1 (ECISS) et n° 5 (CECA). On peut se procurer ces deux circulaires auprès des organismes de normalisation (pour la France : AFNOR, Tour Europe, Cedex 7, 92080 PARIS La Défense). 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 Information Circulars n°1 (ECISS) and n° 5 (ECSC), both of which are available from the national standards body in your country. (In the UK this is the BSI, 389 Chiswick High Road, London W4 4AL).

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 in den Mitteilungen n° 1 (ECISS) und n° 5 (EGKS), beide zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen (in Deutschland bei der Vertriebsstelle des DIN : Beuth-Verlag GmbH, Burggrafenstraße 4-10, 10787 Berlin).

EXPLANATORY PREFACE OF REVISED P. 10 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 particularly 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 EURONORM-CRMs.

Erläuternde Präambel zu revidierten Phosphorgehalten

Eines der wesentlichen 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 Analysetechnik zum Zeitpunkt der Zertifizierung beeinflusst. Die ständig fortschreitende Verbesserung der Analysemethoden 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 im Stahl, 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.

METHODES EMPLOYEES

ELEMENT	LIGNE N°	METHODES
P	1-2-5-12. 3-6-7-9-11-14-15-16-17-18-19. 4-10-13. 8.	SAM: phosphomolybdate réduit sans extraction SAM: phosphomolybdoxovanadate extraction SAM: phosphomolybdate réduit, extraction SEP

SAM : spectrophotométrie d'absorption moléculaire
SEP : spectrométrie d'émission plasma

INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES

Des informations complémentaires sur la fabrication et la certification des Matériaux de Référence Certifiés Européens (EURONORM-MRC) ainsi que sur les possibilités d'approvisionnement, se trouvent dans la circulaire d'information N° 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).

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 United Kingdom: British Standards Institution, 2 Park Street, London W1A 2BS).

Weitere Angaben über die Herstellung und Zertifizierung dieser europäischen 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, BERLIN 30).