

EURONORM-ZRM

Bundesanstalt für
Materialprüfung
(BAM)
BERLIN-DAHLEM

Max-Planck-Institut
für Eisenforschung
(MPI)
DUSSELDORF

Staatl. Materialprüfungsamt
Nordrhein-Westfalen
(MPA)
DORTMUND

in Verbindung mit dem

Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute

ANALYSEN-KONTROLLPROBE 826-1 /

Für die Analysenkontrollprobe "826-1" (Stahlwerks-Phosphat-
schlacke) werden auf Grund der unten aufgeführten Untersuchungs-
ergebnisse folgende Gehalte bescheinigt:

14,65 % Gesamt-Phosphorsäure (P_2O_5)	(s = 0,15 % P_2O_5)
10,73 % citronensäurelösl. Phosphorsäure (P_2O_5)	(s = 0,14 % P_2O_5)
46,48 % Calciumoxid	(s = 0,54 % CaO)
8,96 % Siliciumdioxid	(s = 0,15 % SiO_2)

Berlin - Dortmund - Düsseldorf, im April 1976

BAM
Berlin-Dahlem

MPI
Düsseldorf

MPA
Dortmund

gez. Pohl

gez. Engell

gez. Stupp

Chemikerausschuß VDEh

gez. König

Außerdem enthält die Probe:

20,73 % Fe (als Fe_2O_3), 2,46 % MgO , 3,46 % Mn (als MnO), 0,89 % V_2O_5 , 1,61 % "wasserlösl. Kalk".

Beteiligte Laboratorien:

August Thyssen-Hütte AG, Duisburg-Hamborn
Bayer. Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft, Freising 12 - Weihenstephan
Bayer. Landesanstalt für Bodenkultur und Pflanzenbau, Landw. Untersuchungsamt Augsburg, Augsburg
Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlem
Eisenverk-Gesellschaft Maximilianshütte mbH, Sulzbach-Rosenberg
Forschungsgemeinschaft Eisenhütteneschlacken, Forschungsinstitut, Duisburg 14
Fried. Krupp Hüttenwerke AG, Werk Rheinhausen, Duisburg 14
Hoesch Hüttenwerke AG, Dortmund
Landesanstalt für Landw. Chemie, Stuttgart 70 (Hohenheim)
Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt, Bonn
Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt, Kiel
Landwirtschaftliche Versuchsanstalt der Thomasphosphatfabriken GmbH, Essen-Bredeneey
Nannesmann AG Hüttenwerke, Duisburg-Muckingen

Staatliche Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt Augustenberg, Karlsruhe-Durlach
 Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen, Dortmund 41
 Stahlwerke Peine-Salzgitter AG, Peine
 Stahlwerke Köchling-Burtsch GmbH, Völklingen-Saar

Untersuchungsergebnisse (geordnet nach steigendem Wert):

(Laboratoriumsmittelwerte aus je 4 Bestimmungen)

Lfd. Nr.	% P ₂ O ₅	% P ₂ O ₅ citrsä. citrsä.	% CaO	% SiO ₂	% I Fe (Fe ₂ O ₃)	% I Mn (MnO)	% Al ₂ O ₃	% MgO	% Cr ₂ O ₃	% V ₂ O ₅	% CaO wasserlös.
1	14,38	10,48	-	8,73	20,26	3,36	-	2,33	-	0,84	1,33
2	14,40	10,51	-	8,76	20,49	3,42	1,24	2,38	0,18	0,86	1,42
3	14,45	10,61	45,29	8,79	20,63	3,43	1,30	2,39	0,25	0,89	1,52
4	14,57	10,61	46,21	8,80	20,74	3,45	1,35	2,42	0,26	0,89	1,65
5	14,59	10,65	46,21	8,91	20,76	3,46	1,36	2,42	0,26	0,89	1,86
6	14,61	10,68	46,27	8,94	20,80	3,46	1,42	2,42	0,26	0,92	1,88
7	14,62	10,69	46,42	8,97	20,88	3,49	1,42	2,44	0,27	0,92	
8	14,63	10,70	46,42	8,97	21,25	3,51	1,53	2,47	0,27	0,92	
9	14,65	10,72	46,52	9,03	-	3,51		2,57	-		
10	14,68	10,78	46,52	9,07	-	3,52		2,72			
11	14,70	10,79	46,55	9,12				-			
12	14,72	10,85	46,77	9,17							
13	14,77	10,87	47,10	9,18							
14	14,83	10,88	47,53	-							
15	14,89	10,91	-	-							
16	14,90	10,95	-								
17	-										
\bar{x} :	14,65	10,73	46,48	8,96	20,73	3,46	1,37	2,46	0,25	0,89	1,61
s:	0,15	0,14	0,54	0,15	0,29	0,05	0,09	0,11	0,03	0,03	0,23

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

Untersuchungsverfahren:

Bestandteil	Lfd.Nr.	Verfahren
Gesamtphosphorsäure	1, 12, 13	Gewichtsanalyse; Chinolinphosphormolybdat
	2, 3, 4, 7, 14, 15, 16	Photometrie; Molybdat-Vanadat-Verfahren
	5, 8, 9, 11	Gewichtsanalyse; Ammoniumphosphormolybdat
	6	Photometrie; Molybdänblau-Verfahren
	10	Röntgenfluoreszenzanalyse
Citronensäurelös. Phosphorsäure	1, 9, 12, 14	Extraktion mit 2 %iger Citronensäure; Gewichtsanalyse; Fällung als Magnesiumammoniumphosphat, Wägung als Magnesiumpyrophosphat

Bestandteil	Lfd. Nr.	Verfahren
Citronensäurelös. Phosphorsäure	2	Extraktion mit 2 %iger Citronensäure; Photometrie; Molybdänblau-Verfahren
	3, 6, 7, 10, 13, 16	Extraktion mit 2 %iger Citronensäure; Photometrie; Molybdat-Vanadat-Verfahren
	4, 5, 8, 15	Extraktion mit 2 %iger Citronensäure; Gewichtsanalyse; Chinolinphosphormolybdat
	11	Extraktion mit 2 %iger Citronensäure; Gewichtsanalyse; Ammoniumphosphormolybdat
Calciumoxid	3, 4, 8, 9, 10, 12, 13	Maßanalyse; Fällung als Oxalat, Titration mit $KMnO_4$
	5, 6, 14	Gravimetrie; Fällung und Wägung als Oxalat
	7	Röntgenfluoreszenzanalyse
	11	Maßanalyse; Fällung als Oxalat, komplexometrische Titration
Siliciumdioxid	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 9, 10, 11, 12, 13	Gewichtsanalyse
	8	Röntgenfluoreszenzanalyse
Gesamteisen	1, 4, 5, 7, 8	Maßanalyse; Kaliumdichromat-Verfahren
	2	Photometrie; Sulfosalicylsäure
	3	Photometrie; o-Phenanthrolin
	6	Röntgenfluoreszenzanalyse
Gesamtangan	1	Photometrie; Peroxodisulfat
	2, 6, 7, 8, 9, 10	Photometrie; Perjodat-Verfahren
	3, 5	Atomabsorptionsspektrometrie
	4	Röntgenfluoreszenzanalyse
Aluminiumoxid	2, 7, 8	Photometrie; Eriochromcyanin-Verfahren
	3, 4, 5	Atomabsorptionsspektrometrie
	6	Röntgenfluoreszenzanalyse
Magnesiumoxid	1, 3, 4, 5, 8	Atomabsorptionsspektrometrie
	2, 7, 10	Gewichtsanalyse; Magnesiumpyrophosphat-Verfahren
	6	Röntgenfluoreszenzanalyse
	9	Komplexometrie
Chromoxid	2, 4, 6	Photometrie; Diphenylcarbazid-Verfahren
	3, 5, 7, 8	Atomabsorptionsspektrometrie
Vanadinoxid	1, 6, 8	Photometrie; Dimethylnaphthidin-Verfahren
	2, 3, 7	Atomabsorptionsspektrometrie
	4	Photometrie; N-Benzoyl-N-Phenylhydroxylamin
	5	Maßanalytisch-elektrometrisch; $KMnO_4$ -Oxydation

<u>Bestandteil</u>	<u>Lfd. Nr.</u>	<u>Verfahren</u>
Wasserlöslicher Kalk	1, 2, 3, 5, 6	Extraktion mit Wasser; Bestimmung des Calciums im wässrigen Auszug
	4	Komplexometrie; Wasser-Extraktion

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)
 Zusätzliches Zertifikat über die chemische Analyse

EURONORM-ZRM Nr. 826-1 (Phosphatschlacke)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Nr.	Cr	Al	V	K	Na
1	0,1662	0,6716	0,4658	0,0221	0,3498
2	0,1680	0,6799	-----	0,0248	0,3573
3	0,1689	0,6813	0,4841	0,0248	0,3600
4	0,1743	0,6845	0,4946	0,0260	0,3617
5	0,1775	0,6928	0,4973	0,0268	0,3680
6	0,1790	0,6952	0,4987	0,0271	0,3743
7	0,1808	0,6983	0,4998	0,0272	0,3765
8	0,1827	0,6985	0,5049	0,0274	0,3790
9	0,1831	0,7000	0,5060	0,0275	0,3793
10	0,1855	0,7002	0,5060	0,0283	0,3795
11	0,1860	0,7023	0,5068	0,0288	0,3878
12	0,1862	0,7060	0,5120	0,0293	0,3901
13	0,1863	0,7102	0,5135	0,0298	-----
14	0,1914	0,7233	0,5149	-----	0,3945
15	0,1938	-----	0,5205	0,0323	0,3955
16	0,1963	-----	0,5223	0,0345	-----
M(M)	0,1816	0,6960	0,5031	0,0278	0,3752
s(M)	0,0090	0,0134	0,0144	0,0030	0,0143
s(W)	0,0021	0,0059	0,0036	0,0011	0,0037

Mo	Ni	B	Cu	Pb	F
0,0005	0,0001	0,0024	0,0011	0,0031	0,2610
-----	0,0004	0,0025	0,0014	0,0033	0,2975
0,0007	0,0004	0,0025	0,0014	0,0039	0,3300
0,0007	0,0008	0,0027	0,0015	0,0039	0,3473
0,0008	0,0014	0,0029	0,0015	0,0042	0,3750
0,0009	0,0015	0,0030	0,0016	0,0043	0,3893
0,0010	0,0019	0,0032	0,0017	0,0045	0,3943
0,0010	0,0023	0,0033	0,0019	0,0058	0,3988
0,0014	0,0028	0,0041	0,0020	0,0059	0,4028
0,0015	0,0034	-----	0,0021	0,0060	0,4083
0,0020	0,0043	-----	0,0021	0,0063	0,4294
			-----	0,0064	
			0,0025	0,0070	
			0,0027		
			0,0030		
0,0011	0,0017	0,0029	0,0019	0,0049	0,3667

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

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

Die durch "-----" gekennzeichneten Plätze vertreten Laboratoriumsmittelwerte, die mit einem statistischen Test nach Cochran bzw. Grubbs als Ausreißer erkannt und entfernt worden sind.

ZERTIFIZIERTE WERTE (Massenanteil in %)

	Cr	Al	V	K	Na
M(M)	0,182	0,696	0,503	0,0278	0,375
C(95%)	0,005	0,008	0,008	0,0017	0,009

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 35:1989 section 4.

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

Beschreibung der Probe

Düsseldorf, Dezember 1994

Das pulverförmige Material hat eine Korngröße von < 0,15 mm. Es wird in Glasflaschen von 100 g geliefert.

Die Probe ist hergestellt und wird herausgegeben von der Arbeitsgemeinschaft "Zertifiziertes Referenzmaterial Eisen und Stahl" in der Bundesrepublik Deutschland 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,
 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 Française (IRSID) und dem Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF), 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), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin.

Teilnehmende Laboratorien

AG der Dillinger Hüttenwerke, Dillingen-Saar (Bundesrepublik Deutschland)
 British Ceramic Research Ltd., Stoke-on-Trent (Großbritannien)
 British Steel, Strip Products Llanwern Works, Newport (Großbritannien)
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Bundesrepublik Deutschland)
 CENIM, Madrid (Spanien)
 Cockerill-Sambre S. A., Charleroi (Coullet) (Belgien)
 IRSID, Maizières-lès-Metz (Frankreich)
 Luxcontrol S. A., Esch-sur-Alzette (Luxembourg)
 Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf (Bundesrepublik Deutschland)
 Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Großbritannien)
 SOLLAC, Usine de Dunkerque, Dunkerque (Frankreich)
 SOLLAC, Florange (Frankreich)
 SOLLAC-Fos, Fos-sur-Mer (Frankreich)
 Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen (MPA NRW), Dortmund (Bundesrepublik Deutschland)
 Thyssen Stahl AG, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)
 Unimétal Recherche, Amneville (Frankreich)

Untersuchungsverfahren

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
Cr	1, 2, 3, 4, 5, 7, 9, 11, 12, 14, 15 6, 16 8, 10, 13	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Röntgenfluoreszenzspektrometrie

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
Al	1, 2, 3, 4, 6, 9, 12, 13, 14	Atomabsorptionsspektrometrie; ohne Abtrennung
	5	Photometrie; Hydroxychinolin, Trennung mittels Ionenaustauscher
	7, 10, 11	Röntgenfluoreszenzspektrometrie
	8	Plasma-Emissionsspektrometrie
V	1, 5, 7, 9, 12, 13, 14, 16	Atomabsorptionsspektrometrie
	8, 11	Röntgenfluoreszenzspektrometrie
	3, 4, 6	Plasma-Emissionsspektrometrie
	10	Maßanalyse mit Fe(II), Oxidation mit Mn(VII)
	15	Photometrie, Dimethylnaphthidin
K	1, 3, 4, 5, 6, 7, 10, 11, 12,	Atomabsorptionsspektrometrie
	15, 16	
	2, 13	Flammenphotometrie
	8, 9	Röntgenfluoreszenzspektrometrie
Na	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10,	Atomabsorptionsspektrometrie
	11, 15	
	12	Flammenphotometrie
	14	Röntgenfluoreszenzspektrometrie
Mo	1, 5, 7, 8, 9, 10	Atomabsorptionsspektrometrie
	3, 6	Atomabsorptionsspektrometrie, flammenlose
	4	Photometrie, Thiocyanat-Zinn(II)-chlorid, Extraktion
	11	Plasma-Emissionsspektrometrie
Ni	1, 2	Atomabsorptionsspektrometrie, flammenlose
	3, 4	Plasma-Emissionsspektrometrie
	5, 6, 7, 8, 9, 10, 11	Atomabsorptionsspektrometrie
B	1, 2, 3, 8	Photometrie, Curcumin
	4, 6, 7, 9	Plasma-Emissionsspektrometrie
	5	Photometrie, 1,1-Dianthriniid-Komplex, Abtrennung
Cu	1	Atomabsorptionsspektrometrie, flammenlose
	2, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 14	Atomabsorptionsspektrometrie
	3	Photometrie, DDC, Extraktion
	5, 15	Plasma-Emissionsspektrometrie

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
Pb	1	Röntgenfluoreszenzspektrometrie
	2, 4, 6, 9, 10, 12, 13	Atomabsorptionsspektrometrie
	3, 8, 11	Plasma-Emissionsspektrometrie
	5, 7	Atomabsorptionsspektrometrie, flammenlose
F	1, 2, 3, 4, 6, 8, 9	Ionometrie, alkalischer Schmelzaufschluß, Abtrennung der Hydroxide
	5, 7, 10	Photometrie, Alizarinkomplexon, Destillation
	11	Maßanalyse mit Th(IV), visuelle Endpunkt- erkennung, Abtrennung störender Ionen

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 in den Mitteilungen No. 1 (ECISS) und No. 5 (EGKS), beide zu beziehen durch die nationalen Normenorganisationen (in Deutschland bei der Vertriebsstelle des DIN: Beuth-Verlag GmbH, Burggrafenstraße 4-10, 10787 Berlin).

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 No. 1 (ECISS) et No. 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 No. 1 (ECISS) and No. 5 (ECSC), both of which are available from the national standards body in your country (in the UK this is the BSI, 2 Park Street, London W1A 2BS).