

INSTITUT de RECHERCHES de la SIDÉRURGIE (IRSID)

185, rue du Président Roosevelt - Saint-Germain-en-Laye (S.-&O.)

FRANCE

ÉCHANTILLON-TYPE d'ACIER

105-1 alt / 021-1 neu

CERTIFICAT d'ANALYSE

Teneur en chacun des éléments pour 100 gr. de métal

	C	Si	Mn	P	Ni	Cu	Cr
1	0,241	0,264	1,260	0,012 ₂	0,258	0,167 ₂	
2	0,243	0,276	1,297	0,012	0,252	0,170	
3	0,243 ₂	0,274 ₂	1,266	0,014 ₂	0,255 ₂	0,171 ₂	0,129 ₂
4	0,243	0,275	1,27	0,013	0,251	0,166	0,126
5		0,270	1,267	0,014 ₂	0,253	0,165	0,124
6	0,245	0,265	1,27	0,012 ₂	0,25	0,166	0,122
7	0,240	0,280	1,27	0,013	0,251	0,169	0,125
8	0,246	0,272	1,273	0,013 ₂	0,260 ₂	0,168 ₂	0,122 ₂
9	0,240	0,268	1,20	0,012	0,26	0,165	0,12
10	0,243	0,270	1,31		0,252	0,172	0,125
11	0,242	0,269	1,28	0,013 ₂	0,261	0,161	0,125
12	0,243	0,273	1,29	0,013 ₂	0,255	0,165	0,122
13	0,245	0,274	1,254	0,013	0,256	0,170	0,127
14	0,242 ₂	0,261	1,278	0,013 ₂	0,259 ₂	0,168 ₂	0,125
15	0,240	0,276 ₂	1,265	0,014	0,249	0,166 ₂	0,124
16	0,242			0,014			0,127
17	0,243	0,263	1,275	0,014	0,262	0,165	0,125
Moyenne	0,242 ₂	0,270 ₂	1,27	0,013 ₃	0,255 ₃	0,167 ₃	0,124 ₆

Les nombres en caractères gras peuvent être considérés comme les valeurs les plus probables, les autres ne représentent que des indications.

SAINT-GERMAIN-en-LAYE

Juillet 1959

Le Directeur Général de l'IRSID
M. ALLARD

Le Chef du Département Chimie
E. JAUDON

LABORATOIRES PARTICIPANT AUX ANALYSES

Aubert et Duval (Anciens Etablissements), Les Ancizes (Puy-de-Dôme).
Armement (Laboratoire central de l'), 1, place Saint-Thomas-d'Aquin, Paris.
Boudet (Laboratoire), 1, rue des Haudriettes.
Vérifus, (Laboratoire du Bureau) 59 bis, rue Paul-Vaillant-Couturier, Levallois-Perret (Seine).
Centre Technique des Industries de la Fonderie, 12, avenue Raphaël, Paris.
Chemins de fer français (Société Nationale des), 122, rue Jean-Jaurès, Levallois-Perret (Seine).
Conservatoire National des Arts et Métiers, 292, rue Saint-Martin, Paris.
Constructions et Armes navales (Laboratoire des), 10, rue Sextus-Michel, Paris.
Electricité de France (Service de la Production thermique - Laboratoire central), 12, rue A-Dhalenne, Saint-Ouen (Seine).
Etablissement d'Indret (Marine Nationale), à Indret (Loire-Inférieure).
Forges et Ateliers du Creusot, (Société des), le Creusot (Saône-et-Loire).
Institut de Recherches de la Sidérurgie, Saint-Germain-en-Laye (Seine-et-Oise).
Institut de Sondage, 32, boulevard de la Chapelle, Paris.
J.-J. Caynaud et Forges de Basse-Indre (Laboratoire de Recherches des Etablissements), 71, avenue Edouard-Vaillant, Billancourt (Seine).
Laboratoire de Contrôle Métallurgique G. Coffin, 16, rue Barbette, Paris-3^e.
Renault (Régle Nationale des Usines), Billancourt (Seine).
Sellac (Société Lorraine de laminage continu), Sérémaigne (Moselle).
Sud-Aviation (Laboratoire Central) 55, Rue Victor-Hugo, Courbevoie (Seine).

MÉTHODES EMPLOYÉES

Carbone	Gazométrie : 1, 2, 4, 6, 8, 10, 13, 15, 16. Gravimétrie : 3, 7, 8, 9, 12, 13, 14, 17. Conductimétrie : 11.
Silicium	Perchlorique : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 14. Sulfonitrique : 1, 13. Nitroperchlorique : 7. Volumétrie du fluosilicate : 8. Colorimétrie : 11.
Manganèse	Volumétrie : 1, 2, 3, 5, 7, 8, 9, 10, 13, 14. Colorimétrie : 4, 6, 7, 8, 11, 12, 15.
Soufre	Combustion iodométrique : 1, 3, 7, 9, 10. Evolution : 2, 4, 5, 15. Combustion acidimétrie sur H_2O_2 : 8, 12, 13. Gravimétrie : 7. Combustion acidimétrie sur $Ag NO_2$: 6, 11, 14.
Phosphore	Volumétrie après phosphomolybdate : 1, 2, 3, 5, 7, 8, 9, 13, 16. Colorimétrie du bleu de molybdène : 6, 8, 11, 12, 14, 15. Molybdate de plomb : 4. Colorimétrie du vanadomolybdate : 3.
Nickel	Gravimétrie de la diméthylglyoxime : 1, 2, 3, 6, 7, 8, 10, 11, 13, 14, 15. Cyanurimétrie de la diméthylglyoxime : 4, 9, 14. Colorimétrie de la diméthylglyoxime : 5, 6, 8, 12.
Cuivre	Colorimétrie du diéthylthiocarbamate : 2, 5, 6, 8, 11, 12, 14, 15. Acide rubéanique : 3, 10. Electrolyse après sulfure : 1, 4. Colorimétrie salicylaldoxime : 9. Electrolyse après salicylaldoxime : 1. Salicylaldoxime : 7, 13.
Chrome	Volumétrie perchlorique : 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 13, 14, 15, 16, 17. Colorimétrie : 6, 8, 11, 12.

ECISS

COMITE EUROPEEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER
 EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION
 EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN-UND STAHLNORMUNG
 MATERIAU DE REFERENCE CERTIFIÉ EUROPEEN (EURONORM-MRC)
 SUPPLEMENT AU CERTIFICAT D'ANALYSES CHIMIQUES

EURONORM - MRC N° 021-1 ACIER NON ALLIE

MOYENNES des
 LABORATOIRES (4 valeurs)
 teneur massique %

PREAMBULE EXPLICATIF DES TENEURS REVISEES DE PHOSPHORE

Ligne	P
1	0,0107
2	0,0113
3	0,0114
4	0,0116
5	0,0116
6	0,0117
7	0,0118
8	0,0120
9	0,0120
10	0,0122
11	0,0122
12	0,0123
13	0,0126
14	0,0127
15	0,0127
16	0,0128
17	0,0132
18	0,0134
M_M	0,0121
s_M	0,0007
s_w	0,0003

Des teneurs certifiées aussi justes que possible constituent toujours l'un des buts à atteindre lors de la préparation de Matériaux de Référence Certifiés (MRC).
 Or, fondamentalement, ces valeurs certifiées sont tributaires de l'état de l'Art Analytique sur lequel se fonde la certification. Le perfectionnement progressif des méthodes de dosage dans le temps ne peut donc que se répercuter sur la meilleure estimation des teneurs les plus probables des MRC.
 Tel est le cas, en particulier, pour les basses teneurs en phosphore qui prennent de plus en plus d'importance dans le cadre de la fabrication d'aciers à hautes performances.
 Ainsi, dans diverses instances, les méthodes de dosage des basses teneurs en phosphore ont été améliorées récemment.
 Les producteurs européens de MRC toujours préoccupés de parfaire la qualité de leurs produits, ont donc été amenés à faire contrôler certains MRC pour lesquels les teneurs en phosphore étaient inférieures à 0,020 %. Il en résulte que les valeurs initialement certifiées s'avèrent légèrement surévaluées pour douze EURONORM - MRC.

VALEURS CERTIFIÉES
 teneur massique %

	P
M_M	0,0121
s_M	0,0007

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires

s_M = écart type de la distribution des moyennes des laboratoires

s_w = écart type interlaboratoire

s_w = écart type intralaboratoire moyen

$$s_M = \sqrt{s_b^2 + s_w^2/4}$$

Les moyennes des laboratoires ont été examinées statistiquement pour éliminer les valeurs aberrantes.

LABORATOIRES PARTICIPANTS

Aciéries des Ancizes, Aubert et Duval
 ARBED, Division d'Esch-Belval
 British Steel Corporation Technical Centre
 British Steel Corporation Velab Laboratory
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
 Centre Technique des Industries de la Fontaine (CTIF)
 Centre Technique Unimetal (CTU)
 Cockerill-Sambre SA
 Hoosch Stahl AG

Les Ancizes (F)
 Esch-sur-Alzette (L)
 Corby (R.U)
 Port Talbot (R.U)
 Berlin (RFA)
 Sevres (F)
 Amnéville (F)
 Seraing (B)
 Dortmund (RFA)

Hoogovens Groep BV
 Krupp Stahl AG
 Piddale & Co Ltd
 Rotherham Engineering Steels
 Sollac
 Stahlwerke Paine-Salzgitter
 Thyssen Stahl AG
 Vereinigte Edelmetallwerke AG
 VOEST-Alpine AG

Umuicen (P S)
 Bochum (RFA)
 Middlesbrough (R.U)
 Rotherham (R.U)
 Fiorange (F)
 Salzgitter (RFA)
 Duisburg (RFA)
 Kapfenberg (A)
 Linz (A)

DESCRIPTION DE L'ÉCHANTILLON

Échantillon sous forme divisée : tranche granulométrique 650-1000 µm, conditionné en flacon de 100 g.

MRC préparé et diffusé par :



INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDÉRURGIE FRANÇAISE
 IRSID - AVRIL 1988

supplément à la 1^{re} édition datant de Juillet 1959

EXPLANATION: PREAMBLE OF REVISED P (PHOSPHORUS) CONTENTS

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	1-5-7-9-11-12-13-14-15-16-17. 2-4. 3-6-8. 10-18.	SAM:phosphomolybdovanadate, extraction SAM:phosphomolybdate réduit, extraction SAM:phosphomolybdate réduit, sans 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, 92060 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).