

INSTITUT de RECHERCHES de la SIDÉRURGIE

(IRSID)

185, rue Président-Roosevelt - SAINT-GERMAIN-EN-LAYE (Seine-et-Oise)

FRANCE

ÉCHANTILLON-TYPE

304-1 alt / 024-1 neu

CERTIFICAT D'ANALYSE

Teneur en chacun des éléments pour 100 g de métal

Repère Labo.	Carbone	Silicium	Manganèse	Soufre	Phosphore	Plomb
1	0,100	0,130	0,750	0,240	0,017	0,273
2		0,145	0,708	0,235		
3	0,102	0,138	0,733	0,236	0,0168	0,291
5	0,099	0,135	0,730	0,235	0,018	0,280
6	0,102	0,156	0,712		0,0204	0,297
7	0,104	0,131	0,728	0,238	0,0157	0,274
8	0,100	1,050	0,736	0,236	0,017	0,300
9	0,103	0,145	0,71	0,230	0,0175	
10	0,115	0,129	0,748	0,23	0,021	
11		0,128	0,714		0,020	0,281
12	0,103	0,148	0,711		0,018	0,289
13	0,112	0,146	0,727		0,019	
14	0,106	0,140	0,722	0,232	0,018	
15	0,098	0,128	0,73	0,223	0,0166	0,300
16	0,102	0,136	0,714	0,210	0,018	0,283
17	0,109			0,231		0,293
19	0,103	0,15	0,74	0,236	0,018	0,28
Moyenne	0,104	0,139	0,726	0,235*	0,018	0,287

* Médiane

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,

Juin 1964

Le Directeur Général de l'IRSID,
M. ALLARD.

Le Chef du département Chimie de l'IRSID
E. JAUDON.

Les résultats donnés par chaque laboratoire sont la moyenne d'au moins quatre résultats indépendants. Ces échantillons sont destinés à l'étalonnage d'un type secondaire, par l'utilisateur.

LABORATOIRES PARTICIPANT aux ANALYSES

304 - 1

Aubert et Duval (Anciens Etablissements), Les Ancizes (Puy-de-Dôme).
Boudet et Dussaix (Laboratoire), 9 ter, avenue Carnot, Croissy-sur-Seine (Seine-et-Oise).
Caffin G. (Laboratoire du contrôle métallurgique), 16, rue Barbettes, Paris (3^e).
Centre Technique des Industries de la Fonderie, 12, avenue Raphaël, Paris (16^e).
Champagnole (Aciéries de), Champagnole (Jura).
Chemins de Fer Français (Société Nationale des), 122, rue Jean-Jaurès, Levallois-Perret (Seine).
Conservatoire National des Arts et Métiers, 1, rue Gaston-Boissier, Paris (15^e).
Constructions et Armes Navales (Laboratoire des), 10, rue Sextius-Michel, Paris (15^e).
Electricité de France (Service de la Production thermique, Laboratoire central), Saint-Denis.
Etablissement d'Indret (Marine nationale), Indret Loire-Atlantique).
Forges et Ateliers du Creusot (Société des), Le Creusot (Saône-et-Loire).
Institut de Recherches de la Sidérurgie, 185, rue Président-Roosevelt, Saint-Germain-en-Laye (S.-et-Oise).
Institut de Soudure, 32, boulevard de la Chapelle, Paris (18^e).
Moutiers (Aciéries électriques d'Ugine, Usine de), Moutiers (Savoie).
Renault (Régie Nationale des Usines), Billancourt (Seine).
Sollac (Société Lorraine de laminage continu), Sérémaigne (Moselle).
Sud-Aviation (Laboratoire Central), 55, rue Victor-Hugo, Courbevoie (Seine).
Ugine (Aciéries électriques d'Ugine, Usine de), Ugine (Savoie).
Véritas (Laboratoire du Bureau), 58 bis, rue Paul-Vaillant-Couturier, Levallois-Perret (Seine).



MÉTHODES EMPLOYÉES

Carbone	Gazométrie : 10, 12, 17 Gravimétrie : 13, 14, 16 Conductimétrie : 1, 3, 5, 6, 7, 8 Coulométrie : 9, 15, 19
Silicium	Gravimétrie : 1, 2, 3, 5, 6, 7, 9, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 19 Spectrophotométrie : 8, 10, 11 Volumétrie : 3
Manganèse	Spectrophotométrie : 1, 2, 3, 6, 7, 8, 10, 11, 13, 14, 15, 17, 19 Volumétrie : 3, 5, 9, 12, 16, 17
Soufre	Acidimétrie : 2, 3, 8, 9, 10, 15, 16 Iodométrie : 1, 5, 6, 14, 17, 19 Evolution : 7
Phosphore	Spectrophotométrie (bleu) : 1, 3, 8, 10, 11, 14, 15 Spectrophotométrie (molybdovanadate) : 13, 16 Volumétrie : 3, 5, 6, 7, 9, 11, 13, 19
Plomb	Molybdate de plomb : 7, 8, 11, 19 Electrolyse : 11, 16, 17 Sulfate de plomb : 1 Polarographie : 5, 15 Dithizone : 3

ECISS

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION DU FER ET DE L'ACIER
EUROPEAN COMMITTEE FOR IRON AND STEEL STANDARDIZATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR EISEN-UND STAHLNORMUNG

MATERIAU DE REFERENCE CERTIFIE EUROPEEN (EURONORM-MRC)
SUPPLEMENT AU CERTIFICAT D'ANALYSES CHIMIQUES

EURONORM - MRC N° 024-1 ACIER NON ALLIE

MOYENNES des
LABORATOIRES (4 valeurs)
teneur massique %

PREAMBULE EXPLICATIF DES TENEURS REVISEES DE PHOSPHORE

Ligne	P
1	0,0148
2	0,0149
3	0,0152
4	0,0152
5	0,0153
6	0,0153
7	0,0154
8	0,0154
9	0,0154
10	0,0154
11	0,0156
12	0,0157
13	0,0158
14	0,0160
15	0,0160
16	0,0160
17	—
18	—
M_M	0,0155
s_M	0,0004
s_w	0,0004

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 au moment de 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	0,0155
s_M	0,0004

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires

s_M = écart type de la distribution des moyennes des laboratoires
écart type interlaboratoire

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

s_w = écart type intralaboratoire moyen

Les moyennes des laboratoires ont été examinées statistiquement pour éliminer les valeurs aberrantes.
Dans le tableau, un tiret - - - remplace une moyenne aberrante supprimée.

LABORATOIRES PARTICIPANTS

BEED, Division d'Esch-Belval
British Steel Corporation Technical Centre

Esch-sur-Alzette (L)
Coroy (R.U)

Hoesch Stahl AG
Hoogovens Groep BV
Krupp Stahl AG
Ridsdale & Co Ltd

Dortmund (RFA)
Urnuiden (P B)
Bochum (RFA)
Middlesbrough (R.U)

Industrieanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF)
Centre Technique Unimétal (CTU)
Chenil-Samors SA
Compagnie Française des Aciers Spéciaux, Usine des Dunes
Usine de Loire Industrielle

Berlin (RFA)
Sèvres (F)
Amneville (F)
Seraing (B)
Dunkerque (F)
Le Creusot (F)

Stahlwerke Peine-Salzgitter
Thyssen Stahl AG
Vereinigte Edelmetallwerke AG
VCEST-Alpine AG

Salzgitter (RFA)
Duisburg (RFA)
Kapfenberg (A)
Linz (A)

DESCRIPTION DE L'ÉCHANTILLON

Echantillon 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 Juin 1964

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

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

INFORMATIONS COMPLÉMENTAIRES

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).