

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 N° 081-1

Certificat d'analyse

Moyennes des laboratoires (5 mesures)

	% C	% Si	% Mn	% S	% P	% Ni	% Cu	% Co	% Al	% Sn
1	0,0962	0,1005	0,5964	0,0133	0,0127	0,0402	0,0222	0,0166	0,0204	0,0019
2	0,0964	0,1014	0,5970	0,0135	0,0132	0,0402	0,0247	0,0166	0,0225	0,0020
3	0,0974	0,1020	0,6014	0,0136	0,0136	0,0406	0,0251	0,0166	0,0225	0,0020
4	0,0976	0,1020	0,6020	0,0136	0,0137	0,0406	0,0251	0,0167	0,0226	0,0020
5	0,0976	0,1040	0,6024	0,0136	0,0140	0,0407	0,0257	0,0168	0,0226	0,0024
6	0,0984	0,1048	0,6026	0,0137	0,0145	0,0408	0,0261	0,0169	0,0228	0,0026
7	0,0990	0,1050	0,6028	0,0138	0,0145	0,0411	0,0262	0,0169	0,0230	0,0027
8	0,0992	0,1052	0,6030	0,0139	0,0145	0,0416	0,0264	0,0170	0,0231	0,0032
9	0,0992	0,1056	0,6048	0,0140	0,0146	0,0417	0,0264	0,0170	0,0234	0,0046
10	0,0999	0,1062	0,6052	0,0146	0,0146	0,0417	0,0265	0,0172	0,0236	0,0058
11	0,1006	0,1068	0,6064	0,0146	0,0147	0,0420	0,0265	0,0172	0,0236	0,0065
12	0,1006	0,1070	0,6070	0,0146	0,0152	0,0422	0,0268	0,0173	0,0238	0,0066
13	0,1010	0,1072	0,6090	0,0150	0,0154	0,0428	0,0268	0,0174	0,0238	0,0089
14	0,1012	0,1076	0,6100	0,0150	0,0156	0,0436	0,0272	0,0180	0,0245	
15	0,1012	0,1080	0,6156	0,0150	0,0157	0,0440	0,0273		0,0266	
16	0,1028	0,1094	0,6184	0,0151		0,0456	0,0273			
M_M	0,0993	0,1052	0,6052	0,0142	0,0144	0,0418	0,0260	0,0170	0,0232	0,0039
s_M	0,0019	0,0026	0,0059	0,0006	0,0009	0,0015	0,0013	0,0004	0,0013	0,0023

M_M = Moyenne des moyennes des 16 laboratoires

s_M = Écart-type de la distribution des moyennes des 16 laboratoires

Valeurs certifiées

	% C	% Si	% Mn	% S	% P	% Ni	% Cu	% Co	% Al
M	0,099	0,105	0,605	0,014	0,014	0,042	0,026	0,017	0,023
s	0,002	0,003	0,006	0,001	0,001	0,002	0,001	0,0004	0,001

Laboratoires ayant participé à l'étalonnage de l'Euro-échantillon-type 081-1

- Arbed — Differdange (G.D. de Luxembourg)
- Arbed — Esch-sur-Alzette (G.D. de Luxembourg)
- Bundesanstalt für Materialprüfung — Berlin (R.F.A.)
- Centre Technique des Industries de la Fonderie — Sèvres (France)
- Centro Sperimentale Metallurgico — Rome (Italie)
- Fiat Sez. Ferrière — Turin (Italie)
- Hoesch Hüttenwerke AG. — Dortmund-Hörde (R.F.A.)
- Hoogovens — IJmuiden (Pays-Bas)
- Institut de Recherches de la Sidérurgie Française — St-Germain-en-Laye (France)
- Institut de Recherches de la Sidérurgie Française — Maizières-lès-Metz (France)
- Mannesmann A.G. Hüttenwerke — Duisburg (R.F.A.)
- N.V. Staalgieterij SMDK — Utrecht (Pays-Bas)
- Sacilor — Amneville (France)
- Société Cockerill — Seraing (Belgique)
- Thyssen Niederrhein AG. — Duisburg (R.F.A.)
- Usinor — Dunkerque (France)

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 samples standard, 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 - Novembre 1974

MÉTHODES EMPLOYÉES

081-1

Élément	Numéro de la ligne	Méthode
C	1 - 8	Titration acidimétrique en milieu non aqueux ; combustion Coulométrie ; combustion Conductimétrie ; combustion Conductibilité thermique ; combustion
	3 - 11 - 14 - 15 - 16	
	2 - 5 - 7 - 9	
	4 - 6 - 10 - 12 - 13	
Si	2 - 7	Gravimétrie ; déshydratation en milieu perchlorique SAM ; silicomolybdate réduit sans extraction SAM ; silicomolybdate réduit avec extraction SAA
	1 - 3 - 4 - 5 - 6 - 9 - 12 - 13 - 14 - 15 - 16	
	10	
	8 - 11	
Mn	1 - 4	Titration de Mn VII par As III ; oxydation au persulfate + Ag ⁺ SAM de MnO ₄ ⁻ ; oxydation au périodate SAA
	2 - 3 - 6 - 7 - 8 - 9 - 10 - 11 - 13 - 14 - 15	
	5 - 12 - 16	
S	2 - 8 - 10 - 12 - 13 - 14 - 15	Titration acidimétrique ; combustion (H ₂ O ₂ ou AgNO ₃) Titration acidimétrique détection électrométrique combustion Coulométrie ; combustion Conductimétrie ; combustion Absorption infra-rouge ; combustion
	5	
	1 - 9 - 16	
	3 - 4 - 6 - 11	
	7	
P	2 - 5 - 6 - 8 - 15	SAM ; phosphomolybdovanadate extrait SAM ; phosphomolybdovanadate non extrait SAM ; phosphomolybdate réduit non extrait SAM ; phosphomolybdate réduit extrait
	10	
	1 - 3 - 4 - 7 - 9 - 12 - 13	
	14 - 11	
Ni	7 - 12 - 15	SAM ; complexe de la diméthylglyoxime extrait SAM ; complexe de la diméthylglyoxime SAM ; complexe de la diméthylglyoxime après séparation à l'oxyde de zinc SAA
	1 - 2 - 3 - 4 - 6 - 14	
	13	
	5 - 8 - 9 - 10 - 11 - 16	
Cu	5 - 10 - 12 - 13 - 16	SAM ; complexe de la 2,2' diquinolyne SAM ; diéthylthiocarbamate de plomb extrait SAM ; complexe du biscyclohexanone-oxalyldihydrazone (BCO) SAA
	3	
	1 - 4 - 7 - 8	
	2 - 6 - 9 - 11 - 14 - 15	
Co	5 - 10 - 12 - 14	SAM ; complexe du 1 - nitroso 2 - naphтол SAM ; complexe du 2 nitroso - 1 naphтол SAM ; complexe de l'isonitrosomalonylguanidine avec ou sans séparation par échange d'ions SAM ; complexe du thiocyanate avec ou sans extraction SAA SAM ; complexe du nitroso R
	8	
	1 - 4	
	7	
	2 - 9 - 11 - 13	
Al	3 - 6	SAM ; complexe ériochromecyanine SAM ; complexe de l'ériochromecyanine, séparation en milieu sodique SAM ; complexe de l'hydroxyquinoléine après séparation par échange d'ions SAA ; extraction du fer SAA ; sans séparation du fer
	6 - 14	
	2 - 15	
	1	
	11	
Sn	3 - 4 - 5 - 7 - 8 - 9 - 10 - 12 - 13	Titration iodométrique ; séparation du sulfure Titration iodométrique ; réduction par l'aluminium SAM ; complexe avec la phénylfluorone ou la 3 pyridylfluorone ou la méthylfluorone
	12	
	8 - 11	
	1 - 2 - 4 - 5 - 6 - 7 - 9 - 10 - 13	

SAM = spectrophotométrie d'absorption moléculaire
SAA = spectrophotométrie d'absorption atomique

ECISS

COMITÉ EUROPEEN 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 EUROPEEN (EURONORM-MRC)
 SUPPLEMENT AU CERTIFICAT D'ANALYSES CHIMIQUES

EURONORM - MRC N° 081-1 ACIER NON ALLIÉ

MOYENNES des
 LABORATOIRES (4 valeurs)
 teneur massique %

Ligne	P
1	0,0118
2	0,0122
3	0,0122
4	0,0124
5	0,0124
6	0,0125
7	0,0126
8	0,0127
9	0,0128
10	0,0128
11	0,0130
12	0,0131
13	0,0134
14	0,0134
15	0,0134
16	0,0135
17	0,0136
18	0,0137
M _M	0,0129
s _M	0,0006
s _w	0,0003

PREAMBULE EXPLICATIF DES TENEURS REVISEES DE PHOSPHORE

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'Act Analytique et de la 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	0,0129
s _M	0,0006

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires

s_M = écart type de la distribution des moyennes des laboratoires

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

s_w = écart type interlaboratoire

s_w = écart type intralaboratoire moyen

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

LABORATOIRES PARTICIPANTS

ARBED, Division d'Esch-Belval
 British Steel Corporation Technical Centre
 British Steel Corporation Velah Laboratory
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
 Centre Technique Unimetal (CTU)
 Cockerill-Sambre SA
 Creusot Loire Industrie
 Hoersch Stahl AG
 Hoogovens Groep BV

Esch-sur-Alzette (L)
 Corby (R.U.)
 Port Talbot (R.U.)
 Berlin (RFA)
 Amnéville (F)
 Sarling (B)
 Le Creusot (F)
 Dortmund (RFA)
 Limulden (P.B.)

Krupp Stahl AG
 Ridsdale & Co Ltd
 Rotherham Engineering Steels
 Solmer
 Stahlwerke Peine-Salzgitter
 Thyssen Stahl AG
 Usinor Aciers
 Vereinigte Edeltahlwerke AG
 VOEST-Alpine AG

Bochum (RFA)
 Middlesbrough (R.U.)
 Rotherham (R.U.)
 Fos sur Mer (F)
 Salzgitter (RFA)
 Duisburg (RFA)
 Dunkerque (F)
 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 Novembre 1974

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 trois organismes producteurs (FRANCE : IRSID ; République Fédérale d'Allemagne : Groupe de travail pour les MRC sidérurgiques ; Royaume-Uni : BAS Ltd)

Defining the
EXPLANATORY PREAMBLE OF REVISED 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	1-2-5-6-10-11-12-14-15-16-17. 3-4-9-18. 7. 8-13.	SAM:phosphomolybdovanadate, extraction SAM:phosphomolybdale réduct sans extraction SEP; SAM:phosphomolybdale réduct, extraction

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).