

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)
 CERTIFICAT D'ANALYSE CHIMIQUE

EURONORM - MRC N° 780-1 Carbure de silicium

MOYENNES des LABORATOIRES (4 valeurs)
 teneur massique %

Ligne n°	C total	Si total	Mn	Al	N	Ca	Fe total	Mg	C libre	Si libre	SiC	Fe métal	K	Na	O
1	25,99	62,71	0,022	1,762	0,258	-	-	0,038	0,309	0,126	85,12	0,636	0,010	0,038	4,76
2	26,05	63,05	0,025	1,763	0,279	-	-	0,039	0,373	0,140	85,21	0,738	0,010	0,040	4,91
3	26,13	63,08	-	1,832	0,280	-	1,142	0,039	0,414	0,148	85,24	0,752	0,010	0,053	5,07
4	26,26	63,15	0,027	-	0,280	0,785	1,225	0,043	0,419	0,151	85,28	0,768	0,010	0,053	5,09
5	26,27	63,30	0,027	1,851	0,287	0,813	1,246	0,046	0,422	0,162	85,31	0,769	0,011	0,054	5,09
6	26,29	63,40	0,027	1,855	0,293	0,819	1,278	0,048	0,422	0,176	85,74	0,845	0,011	0,055	5,10
7	26,38	63,43	0,027	1,856	0,308	0,821	1,281	0,049	0,445	0,198	85,76	0,878	0,012	0,058	5,12
8	26,48	63,51	0,027	1,862	0,316	0,832	1,289	0,051	0,450	0,205	85,95	0,886	0,012	-	5,18
9	26,50	63,51	0,028	1,864	0,318	0,834	1,300	0,051	0,502	0,205	86,20	0,990	0,014	-	5,24
10	26,52	63,53	0,030	1,872	0,319	0,838	1,300	0,055	0,560	0,340	86,28	1,020	-	-	5,26
11	26,57	63,54	0,030	1,880	0,344	0,840	1,308	-	0,565	0,343	86,39	1,072	-	-	5,32
12	26,58	64,12	0,030	1,885	-	0,854	1,315	0,060	0,695	0,385	86,50	-	-	-	5,38
13	26,65	-	0,030	1,905	0,347	0,860	1,327	0,063	0,750	-	86,59	-	-	-	5,38
14	26,70	64,22	0,032	1,908	0,347	0,860	1,334	-	0,780	-	86,63	-	-	-	5,43
15	-	64,52	0,034	2,003	-	0,860	1,335	0,067	0,836	-	86,95	-	-	-	5,44
16	-	-	0,036	-	0,353	0,866	1,360	0,070	1,062	-	86,98	-	-	-	5,62
17	-	-	-	-	0,364	0,867	1,369	-	-	-	88,00	-	-	-	5,79
18	-	-	-	-	0,390	0,917	1,375	-	-	-	-	-	-	-	-
19	-	-	-	-	0,436	-	1,384	-	-	-	-	-	-	-	-
M _M	26,38	63,51	0,029	1,864	0,325	0,844	1,304	0,051	0,563	0,215	86,12	0,850	0,011	0,050	5,24
s _M	0,23	0,49	0,004	0,059	0,046	0,031	0,061	0,011	-	-	-	-	-	-	-
s _w	0,10	0,15	0,003	0,020	0,014	0,011	0,022	0,004	-	-	-	-	-	-	-

M_M = moyenne des moyennes des laboratoires

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

s_b = écart-type interlaboratoire

s_w = écart-type intralaboratoire moyen

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

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.

VALEURS CERTIFIÉES
 teneur massique %

	C total	Si total	Mn	Al	N	Ca	Fe total	Mg
M _M	26,38	63,5	0,029	1,86	0,32	0,84	1,30	0,051
s _M	0,23	0,5	0,004	0,06	0,05	0,03	0,06	0,011

Valeurs indicatives en % :

P ≤ 0,010 ; Cr = 0,010 ; Ni = 0,015 ; Al métal < 0,02 ; Cu = 0,005 ; Ti = 0,050 ; V = 0,025 ; Zr = 0,01

SiO₂ = 5,6 (teneur calculée à partir de O total et O lié aux oxydes autres que SiO₂)

En considérant tous les éléments cités dans ce certificat, on obtient un bouclage très proche de 99,8 %.

* Note relative à la présence de fer métallique (voir page 4)

DESCRIPTION DE L'ECHANTILLON

Echantillon sous forme de poudre de granulométrie < 100 µm, conditionné en flacon de 100 g. MCR préparé et diffusé par :

INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDERURGIE FRANÇAISE

IRSID • B.P. 320 - 57214 MAIZIÈRES-LÈS-METZ CEDEX - FRANCE - Téléphone : 87.70.40.00 - Téléc : 860 253 F - Fax : 87 70 41 01
 • 34, rue de la Croix de Fer - 78105 ST-GERMAIN-EN-LAYE CEDEX - Téléphone : (1) 30.87.37.00 - Téléc : 696 278 F

OCTOBRE 1991

EURONORM - MRC N° 780 - 1

LISTE DES LABORATOIRES PARTICIPANTS

AG der Dillinger Hüttenwerke	Dillingen (RFA)
Ascométal, Usine des Dunes	Dunkerque (F)
Böhler GmbH	Kapfenberg (A)
British Ceramic Research Ltd	Stoke-on-Trent (RU)
Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung (BAM)	Berlin (RFA)
Centre de Recherches de Pont-à-Mousson SA	Maidières (F)
Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF)	Sèvres (F)
Centro Sviluppo Materiali (CSM)	Rome (I)
Directorate of Quality Assurance/Technical Support, Ministry of Defence	Londres (RU)
Dyson Group Research and Development Laboratories	Sheffield (RU)
Elektroschmelzwerk Kemten GmbH, Werk Grefrath	Frechen (RFA)
Forschungsinstitut der Feuerfest Industrie	Bonn (RFA)
Hepworth Refractories Ltd	Worksop (RU)
Hoesch Stahl AG	Dortmund (RFA)
ILVA SpA	Terni (I)
Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID)	Maizières-lès-Metz (F)
Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID)	Saint-Germain (F)
Laborlux	Esch-sur-Alzette (L)
Lafarge Réfractaires Monolithiques	Frontignan (F)
Lorfonte	Uckange (F)
Mannesmannröhren-Werke AG	Duisburg (RFA)
Péchiney Electrométallurgie, Usine de La Bathie	La Bathie (F)
Péchiney Electrométallurgie, Usine de Chedde	Le Fayet (F)
Ridsdale and Co. Ltd	Middlesbrough (RU)
Sollac Florange	Florange (F)
Sollac Fos	Fos-sur-Mer (F)
Thyssen Stahl AG	Duisburg (RFA)
Ugine ACG, Usine de l'Ardoise	Laudun (F)
Unimétal Recherche	Amnéville (F)

METHODES EMPLOYEES

Elément	Ligne n°	Méthodes
C total	1-2-4-6-10 3 5 7-8-9-11-12-14 13	Combustion ; absorption infra-rouge Détermination à partir du C de SiC et du C libre Combustion ; gravimétrie Combustion ; titrage coulométrique Combustion ; conductimétrie
Si total	1-2-3-5-9-12 4-7-8-10-11 6 14 15	Gravimétrie ; déshydratation perchlorique FRX Gravimétrie ; SAM de Si résiduel dans le filtrat SAM ; silicomolybdate réduit, sans extraction Gravimétrie, déshydratation chlorhydrique
Mn	1-4-8-9-11-16 2-5-6-7-10-12-13 14-15	FRX SAA SEP
Al	1-3-5-7-10-11-12-13 2-6-9-15 8 14	FRX SAA ; sans séparation SEP SAM ; eriochromecyanine, sans séparation
N	1-2-3-4-5-6-7-8-10-11-13-14-16-17-19 9 18	Conductibilité Thermique, décomposition en creuset de graphite Titration acidimétrique après distillation, détection visuelle Méthode de Dumas, détection par ultrasons
Ca	4-5-7-11-12-15-16-18 6 8-9-10-13-14 17	FRX Titration complexométrique SAA SEP

EURONORM - MRC N° 780 - 1
METHODES EMPLOYEES

Elément	Ligne n°	Méthodes
Fe total	3-6-11-12-13 4-8-9-10-16-18 5-7-14-15 17 19	FRX SAM ; O phénantroline SAA Titration par Cr (VI) après réduction Sn (II) SEP
Mg	1-3-9-16 2-4-7-8-10-12-13-15 5-6	FRX SAA SEP

C libre	1-2-3-4-5-6-7-8-9-15 10-11-13-14 12 16	Variation de masse à 700° C après oxydation de Fe° à 500° C Coulométrie après combustion à 750° C Détermination à partir du carbone de C total et de SiC Conductimétrie après combustion à 800° C
Si libre	1-2-3-4-5-6-7-8-11-12 9 10	Gazovolumétrie Conductibilité thermique de H ₂ dégagé Déplacement de l'argent et titrage
SiC	1 2-4-7-8-9 3 5-6-16 10-11-12-13-14-17 15	Calcul à partir du bouclage à 100 % Dosage du C sur les cendres Détermination à partir du Si de (SiC + Si ₃ N ₄) et du Si de Si ₃ N ₄ Gravimétrie de SiC Détermination à partir de C total et C libre Détermination à partir du Si de (SiC + Si° + Si ₃ N ₄) du Si de Si° et du Si de Si ₃ N ₄
Fe métal	1-2-5-8 3-4 6 7-9-10 11	Dissolution dans le brome-méthanol ; SAM O-phénantroline Dissolution dans le brome-méthanol ; SAA Dissolution dans le chlorure ferrique ; titrage par Cr (VI) Dissolution dans le brome-méthanol ; titrage par Cr (VI) Dissolution dans H ₂ SO ₄ (1 + 1) ; SAM O-phénantroline
K	1-2-6-7-8-9 3-5 4	SAA SEF FRX
Na	1-4-5-6-7 2-3	SAA SEF
O	1-10-16 2-3-4-5-6-8-12-13-14-15-17 7-9 11	Absorption infra-rouge, fusion réductrice sous argon Absorption infra-rouge, fusion réductrice sous hélium Conductibilité thermique, fusion réductrice sous hélium Titration coulométrique, fusion réductrice sous argon

SAM : Spectrophotométrie d'Absorption Moléculaire
SAA : Spectrométrie d'Absorption Atomique
SEF : Spectrométrie d'Emission de Flamme
SEP : Spectrométrie d'Emission Plasma
FRX : Fluorescence de Rayons X

EURONORM - MRC N° 780 - 1

INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES

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, 2 Park Street, London W1A 2BS).

Angaben über Herstellung, Zertifizierung und Bezugsmöglichkeiten dieser Zertifizierten Europäischen Referenzmaterialien (EURONORM-ZRM) sowie über die Anwendung 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, Burggrafenstr. 4-10, 1000 Berlin 30).

Note relative à la présence de Fe^o

- Comme cet échantillon contient 0,85 % de fer métallique, des précautions particulières doivent être prises au cours des procédures incluant une fusion de l'échantillon. La présence de fer métallique peut également poser des problèmes lors de la détermination :

- du silicium libre par déplacement de l'argent,
- de la perte au feu,
- du carbone libre,

si des précautions ne sont pas prises et si des corrections appropriées ne sont pas appliquées.

- As this sample contains 0,85 % of metallic iron special care should be taken when making determinations involving fusion of the sample. The presence of metallic iron may also cause problems in the determination of :

- free silicon by silver displacement,
- loss on ignition,
- free carbon,

unless appropriate precautions are taken or corrections applied.

- Da diese Probe 0,85 % metallisches Eisen enthält, sind besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, wenn Bestimmungen durchgeführt werden, die ein Aufschmelzen der Probe einschließen.

Die Gegenwart metallischen Eisens kann darüber hinaus Störungen hervorrufen bei der Bestimmung

- des freien Siliciums durch Freisetzen von Silber aus Silberfluorid,
- des Glühverlustes oder
- des freien Kohlenstoffs,

wenn nicht geeignete Vorkehrungen getroffen oder Korrekturen angebracht werden