

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)  
 Zertifikat über die chemische Analyse

**EURONORM-ZRM Nr. 291-1 (Hochlegierter Stahl)**

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %

Lfd. Nr.	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	V	Nb
1	—	0,8750	—	0,0150	0,0072	16,9370	1,8470	0,5407	0,0018	0,0197	0,0660	0,3600	0,0023
2	0,8859	0,8785	0,7860	0,0151	0,0078	16,9439	2,0150	0,5437	0,0023	0,0198	0,0660	0,3653	0,0024
3	0,8821	0,8800	0,7891	0,0153	0,0079	16,9500	2,0405	0,5521	0,0024	0,0207	0,0665	0,3684	0,0037
4	0,8840	0,8842	0,7975	0,0154	0,0080	17,0000	2,0423	0,5525	0,0024	0,0211	0,0666	0,3695	0,0038
5	0,8950	0,8860	0,7975	0,0155	0,0082	17,0163	2,0552	0,5567	0,0028	0,0213	0,0692	0,3732	0,0040
6	0,8964	0,8972	0,8014	0,0155	0,0083	17,0400	2,0689	0,5582	0,0029	0,0221	0,0696	0,3778	0,0050
7	0,8998	0,8987	0,8030	0,0157	0,0084	17,0592	2,0675	0,5602	0,0030	0,0225	0,0700	0,3812	0,0050
8	0,9000	0,9037	0,8040	0,0158	0,0085	17,0750	2,0702	0,5610	0,0031	0,0230	0,0701	0,3820	0,0050
9	0,9020	0,9054	0,8050	0,0162	0,0085	17,0850	2,0787	0,5620	0,0032	0,0233	0,0704	0,3837	0,0051
10	0,9032	0,9078	0,8060	0,0164	0,0085	17,0887	2,0850	0,5635	0,0033	0,0233	0,0707	0,3840	0,0053
11	0,9032	0,9130	0,8075	0,0167	0,0087	17,0917	2,0900	0,5637	0,0033	0,0235	0,0708	0,3850	0,0053
12	0,9035	0,9145	0,8075	0,0167	0,0088	17,0994	2,1000	0,5645	0,0034	0,0237	0,0710	0,3850	0,0060
13	0,9047	0,9163	0,8105	0,0167	0,0088	17,1475	2,1000	0,5648	0,0034	0,0238	0,0718	0,3860	0,0065
14	0,9058	0,9190	0,8108	0,0170	0,0090	17,1563	2,1017	0,5649	0,0034	0,0240	0,0719	0,3872	0,0068
15	0,9060	0,9206	0,8118	0,0174	0,0090	17,1649	2,1132	0,5653	0,0042	0,0243	0,0719	0,3880	0,0069
16	0,9067	0,9215	0,8140	0,0180	0,0091	17,1775	2,1327	0,5675	—	0,0248	0,0720	0,3925	0,0145
17	0,9075	0,9216	0,8147	0,0182	0,0092	17,1825	2,1500	0,5675	—	0,0258	0,0723	0,3950	—
18	0,9090	0,9225	0,8150	0,0185	0,0092	17,1910	2,1562	0,5717	—	0,0259	0,0728	0,3987	—
19	0,9108	0,9228	0,8187	0,0199	0,0093	17,1975	2,1700	0,5735	—	0,0260	0,0733	0,4015	—
20	0,9148	0,9278	0,8225	0,0208	0,0095	17,2100	2,1775	0,5737	—	0,0280	0,0744	0,4050	—
21	0,9148	0,9350	0,8295	—	0,0097	17,2908	2,1816	0,5808	—	—	0,0746	0,4100	—
22	0,9160	—	—	—	0,0097	—	2,1850	0,5845	—	—	—	0,4125	—
23	—	—	—	—	0,0098	—	—	—	—	—	—	0,4200	—
$M_M$	0,9034	0,9072	0,8076	0,0168	0,0087	17,1002	2,0967	0,5633	0,0030	0,0233	0,0711	0,3875	0,0057
$s_M$	0,0078	0,0178	0,0105	0,0016	0,0007	0,0963	0,0597	0,0105	0,0006	0,0022	0,0019	0,0154	—
$s_b$	0,0034	0,0074	0,0059	0,0004	0,0004	0,0458	0,0185	0,0047	0,0003	0,0006	0,0006	0,0053	—
$s_w$	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

$M_M$ : Mittelwert der Laboratoriumsmittelwerte  
 $s_M$ : Standardabweichung der Laboratoriumsmittelwerte  
 $s_b$ : Standardabweichung zwischen den Laboratorien  
 $s_w$ : Mittlere Standardabweichung innerhalb der Laboratorien

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

Die durch "—" gekennzeichneten Plätze vertreten Laboratoriumsmittelwerte, die nach einem statistischen Test als Ausreißer erkannt und entfernt worden sind.

**ZERTIFIZIERTE WERTE (Massenanteil in %)**

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	V
$M_M$	0,903	0,907	0,808	0,0168	0,0087	17,10	2,10	0,563	0,0030	0,0233	0,0711	0,388
$s_M$	0,008	0,018	0,011	0,0016	0,0007	0,10	0,06	0,011	0,0006	0,0022	0,0019	0,016

Düsseldorf, Oktober 1990

**Beschreibung der Probe**

Die Probe ist durch Zerstäuben des flüssigen Stahls in Inertgasatmosphäre hergestellt und durch Absieben über ein Prüfsieb von 0,10 mm und 0,50 mm vom Feinst- und Grobanteil befreit worden. Sie ist in Glasflaschen zu 100 g abgepackt. Die Probe ist auch in kompakter Form erhältlich, hergestellt über heißstatische Verdichtung des pulverförmigen Materials (Scheibendurchmesser 40 mm, 29 mm dick).

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), 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), 1000 Berlin 45.

#### **Teilnehmende Laboratorien**

AB Sandvik Steel, Sandviken (Schweden)  
 Aciéries Aubert et Duval, Les Ancizes (Frankreich)  
 Ascométal, Usine des Dunes, Dunkerque (Frankreich)  
 Babcock Power Research Centre, Renfrew (Großbritannien)  
 BCIRA, Birmingham (Großbritannien)  
 Böhler AG, Düsseldorf-Oberkassel (Deutschland)  
 Böhler Gesellschaft mbH, Kapfenberg (Österreich)  
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Deutschland)  
 Centre de Recherches Métallurgiques - CRM, Liège (Belgien)  
 Centro Sviluppo Materiali S.p.A. - CSM, Rom (Italien)  
 Hoesch Stahl AG, Dortmund (Deutschland)  
 Hoogovens Groep BV, IJmuiden (Niederlande)  
 Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID), Maizières-lès-Metz (Frankreich)  
 Krupp Stahl AG, Siegen (Deutschland)  
 Laboratoire National d'Essais, Paris (Frankreich)  
 Mannesmann-Forschungsinstitut GmbH, Duisburg-Huckingen (Deutschland)  
 Pattinson & Stead, Middlesbrough (Großbritannien)  
 Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Großbritannien)  
 Soc. Terni S.p.A., Terni (Italien)  
 Staatliches Materialprüfungsamt Nordrhein-Westfalen (MPA NRW), Dortmund (Deutschland)  
 Stahlwerke Peine-Salzgitter AG, Salzgitter (Deutschland)  
 Thyssen Edelstahlwerke AG, Witten (Deutschland)  
 Ugine Savoie, Centre de Recherches, Ugine (Frankreich)  
 Voest-Alpine Stahl Linz GmbH, Linz/Donau (Österreich)

## Untersuchungsverfahren

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
C	2, 6	Verbrennungsverfahren; Maßanalyse, Acidimetrie nach Absorption in organischem Medium
	3 4, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 20, 21, 22 19	Verbrennungsverfahren; Coulometrie Verbrennungsverfahren; Infrarot-Absorption Verbrennungsverfahren; Konduktometrie
Si	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 14 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21 2, 13 10	Gravimetrie; Perchlorsäure-Eindampfung Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie; Molybdänblau, ohne Extraktion
	2, 3, 9, 10, 13, 16, 17, 19, 21 4, 6, 8, 14, 15 5, 20 7, 11, 12, 18	Atomabsorptionsspektrometrie Photometrie; Periodat-Oxidation Photometrie; Persulfat-Oxidation Plasma-Emissionsspektrometrie
P	1, 9, 15, 17 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 10, 11, 14, 16, 18, 19, 20 12	Photometrie; Molybdänblau, ohne Extraktion Photometrie; Vanadatomolybdato-phosphat, Extraktion Photometrie; Vanadatomolybdato-phosphat, ohne Extraktion Photometrie; Molybdänblau, Extraktion
	13	Photometrie; Molybdänblau, Extraktion
S	1, 2, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 14, 15, 16, 17, 18, 20, 23 3, 4	Verbrennungsverfahren; Infrarot-Absorption Verbrennungsverfahren; Maßanalyse, Acidimetrie; Absorption in $H_2O$ oder $AgNO_3$
	19 21 22	Verbrennungsverfahren; Maßanalyse, Iodometrie Messungen ohne Verbrennung; Gravimetrie als $BaSO_4$ Abtrennung durch Adsorption an Aluminiumoxid Verbrennungsverfahren; Konduktometrie
Cr	1, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 13, 14, 15, 18, 19, 20, 21 2, 12, 17 16	Maßanalyse mit Fe(II), Persulfat-Oxidation Maßanalyse mit Fe(II), Perchlorsäure-Oxidation Plasma-Emissionsspektrometrie
	1, 5, 9, 12, 15, 19 2, 3, 8, 11, 13, 16 4, 7, 14 6, 10, 17, 18, 20, 21, 22	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie; Thiocyanat-Zinn(II)-chlorid, Extraktion Photometrie; Thiocyanat-Zinn(II)-chlorid, ohne Extraktion
Ni	1, 11, 16 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10, 12, 15, 18, 19, 21, 22 3	Plasma-Emissionsspektrometrie Atomabsorptionsspektrometrie Photometrie; Diacetyldioxim, Extraktion Photometrie; Diacetyldioxim, ohne Extraktion Diacetyldioxim, Fe(II)-Oxidation, Titration mit $K_2Cr_2O_7$ Gravimetrie, Diacetyldioxim
	9, 17, 20 13 14	
Al	1, 2, 3, 6, 9, 11, 12, 14 4 5, 7, 10, 15 8, 13	Atomabsorptionsspektrometrie; ohne Abtrennung Atomabsorptionsspektrometrie, flammenlos Plasma-Emissionsspektrometrie Atomabsorptionsspektrometrie; Extraktion des Eisens
	1, 2, 3, 6, 7, 9, 10, 11, 12, 14, 18, 19, 20 4, 5, 13, 16, 17 8 15	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie, Nitroso-R-Salz Photometrie; 2-Nitrosanaphthol-(1), ohne Extraktion
Co	1, 2, 3, 4, 5, 8, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 20 6, 7, 21 9 18 19	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie; Neocuproin, Extraktion Photometrie; Cuproin, ohne Extraktion Photometrie; Dithiooxamid

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
V	1, 2, 3, 4, 5, 8, 18, 21 6, 10, 16, 19, 20, 23 7, 14 9, 11, 12, 13, 15, 22 17	Atomabsorptionsspektrometrie Maßanalyse mit Fe(II), Oxidation mit Mn(VII) Photometrie; Dimethylnaphthidin Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie; N-Benzoylphenylhydroxyamin, Extraktion
Nb	1, 2, 10, 15, 16 3, 6, 8, 9, 11, 13, 14 4, 7, 12 5	Photometrie, PAR Plasma-Emissionsspektrometrie Photometrie, PAN, Extraktion Photometrie; Thiocyanat, Extraktion

#### 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, Burggrafenstr. 4-10, 1000 Berlin 30).

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 2 BS).

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. 291-1 (Hochlegierter Stahl)

Laboratoriumsmittelwerte (4 Bestimmungen), Massenanteil in %; N

Lfd. Nr.	N
1	0,1070
2	0,1090
3	0,1094
4	0,1113
5	0,1116
6	0,1122
7	0,1123
8	0,1133
9	0,1151
10	0,1159
11	0,1159
12	0,1165
13	0,1169
14	0,1179
15	0,1181
16	0,1189
17	0,1204
M(M)	0,1142
s(M)	0,0038
s(W)	0,0011

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

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

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

### ZERTIFIZIERTE WERTE (Massenanteil in %)

	N
M(M)	0,1142
C(95%)	0,0020

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.

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

Düsseldorf, April 1998  
 Zusatz zum Zertifikat von Oktober 1990

#### Beschreibung der Probe

Die Probe ist durch Zerstäuben des flüssigen Stahls in Inertgasatmosphäre hergestellt und durch Absieben über ein Prüfsieb von 0,10 mm und 0,50 mm vom Feinst- und Grobanteil befreit worden. Sie ist in Glasflaschen zu 100 g abgepackt. Die Probe ist auch in kompakter Form erhältlich über heißisostatische Verdichtung des pulverförmigen Materials (Scheibendurchmesser 40 mm, 29 mm dick).

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,  
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)  
Aubert & Duval, Aciérie des Ancizes, Les Ancizes (Frankreich)  
Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg (Österreich)  
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (Bundesrepublik Deutschland)  
CTIF Centre Technique des Industries de la Fonderie, Sèvres (Frankreich)  
EWK Edelstahl Witten-Krefeld GmbH, Witten (Bundesrepublik Deutschland)  
Hoogovens Staal BV, IJmuiden (Niederlande)  
Howmet Ltd., Exeter (Großbritannien)  
Hüttenwerke Krupp Mannesmann GmbH, Duisburg (Bundesrepublik Deutschland)  
Imphy SA, Imphy (Frankreich)  
Inco Test, Hereford (Großbritannien)  
Krupp Hoesch Stahl AG, Dortmund (Bundesrepublik Deutschland)  
Ridsdale & Co. Ltd., Middlesbrough (Großbritannien)  
SOLLAC, Florange (Frankreich)  
Voest-Alpine Stahl Linz GmbH, Linz (Österreich)  
Willan Metals Ltd., Rotherham (Großbritannien)

#### Untersuchungsverfahren

Element	Lfd. Nr.	Verfahren
N	1, 3	Maßanalyse, Acidimetrie nach Destillation, visuelle Endpunkt-erkennung
	2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 12, 13, 14, 15, 16, 17	Wärmeleitfähigkeitsmessung, Aufschmelzen im Graphitiegel

## Zusätzliche Erklärung

Aufgrund der steigenden Nachfrage nach kompakten ZRM mit zertifiziertem Stickstoffgehalt hat die Herstellergemeinschaft für Europäische Zertifizierte Referenzmaterialien beschlossen, in sieben existierenden EZRMs, die als Spektrometerprobe erhältlich sind, den Stickstoffgehalt nachträglich zu zertifizieren.

Dieses Projekt ist nun abgeschlossen und hat für die Probe EZRM 291-1 einen zertifizierten Stickstoffgehalt von 0,1142 % ergeben, wie in dem vorliegenden Zusatzzertifikat ausgeführt ist.

Suite à la demande croissante de MRC sous forme massive pour la détermination spectrométrique de l'azote, le groupe des producteurs européens d'EMRC a lancé un projet visant la certification de la teneur en azote dans 7 EMRC, disponibles sous la forme de disque.

Ce travail a été mené à son terme et a conduit à une teneur certifiée de 0,1142 % d'azote pour l'EMRC 291-1 comme cela est détaillé dans le présent certificat d'analyse complémentaire.

Due to the increase in demand for steel spectroscopic CRMs certified for nitrogen content, the ECRM Producers decided to carry out a project to certify the nitrogen content of seven existing ECRMs which are available in disc form.

The exercise has now been completed and has provided a certified nitrogen content for ECRM 291-1 of 0,1142 %, as detailed in this Supplementary Certificate.

## 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, 389 Chiswick High Road, London W4 4AL).