

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'ANALYSES CHIMIQUES

EURONORM - MRC N° 582-2 Ferro-Silicium

MOYENNES des LABORATOIRES (4 valeurs)

teneur massique %

Ligne n°	C	Si	Mn	P	Cr	Al	Ti	Ca	Fe	S
1	0,1300	74,908	0,2215	0,0148	0,0643	1,106	0,2079	0,3892	21,034	0,0013
2	0,1300	74,972	0,2224	0,0160	0,0672	1,108	0,2128	0,3898	21,139	0,0015
3	0,1316	75,000	0,2228	0,0162	0,0700	1,115	0,2132	0,3910	21,171	0,0016
4	0,1368	75,015	0,2240	0,0176	0,0701	1,120	0,2170	0,3910	21,195	0,0020
5	0,1416	75,048	0,2250	0,0176	0,0715	1,121	0,2172	0,3950	21,235	0,0022
6	0,1423	75,060	0,2262	0,0180	0,0717	1,132	0,2180	0,3977	21,262	0,0028
7	0,1426	75,111	0,2272	0,0180	0,0722	1,140	0,2188	0,4015	21,350	0,0028
8	0,1438	75,125	0,2293	0,0182	0,0730	1,140	0,2203	0,4020	21,380	0,0028
9	0,1445	75,145	0,2300	0,0185	0,0733	1,145	0,2238	0,4025	21,388	0,0028
10	0,1448	75,156	0,2309	0,0186	0,0736	1,148	0,2242	0,4025	21,400	0,0030
11	0,1453	75,165	0,2312	0,0188	0,0737	1,150	0,2245	0,4048	21,430	0,0030
12	0,1475	75,235	0,2330	0,0188	0,0738	1,151	0,2245	0,4055	21,472	0,0032
13	0,1476	75,280	0,2332	0,0188	0,0742	1,169	0,2255	0,4072	21,480	0,0037
14	0,1479	75,282	0,2335	0,0190	0,0748	1,170	0,2280	0,4072	21,568	0,0037
15	0,1515	75,294	0,2340	0,0190	0,0766	1,170	0,2283	0,4096	21,582	0,0039
16	0,1527	75,302	0,2340	0,0192	0,0770	1,174	0,2292	0,4136	21,592	
17	0,1530	75,350	0,2342	0,0192	0,0779	1,175	0,2298	0,4150	21,734	
18	0,1550	75,350	0,2345	0,0194	0,0782	1,176	0,2360	0,4162	21,735	
19	0,1557	75,425	0,2355	0,0199	0,0782	1,185	0,2395	0,4180	21,758	
20	0,1616	75,472	0,2358	0,0202	0,0786	1,189	0,2420	0,4250	—	
21	0,1635	75,533	0,2390	0,0203	—	1,201	0,2481	0,4295	—	
22	0,1651	75,538	—	—	—	1,204	—	—	—	
23	0,1684	—	—	—	—	—	—	—	—	
24	0,1700	—	—	—	—	—	—	—	—	
25	0,1736	—	—	—	—	—	—	—	—	
M _M	0,1499	75,217	0,2303	0,0184	0,0735	1,154	0,2252	0,4054	21,416	0,003
S _M	0,0122	0,182	0,0051	0,0014	0,0038	0,029	0,0101	0,0113	0,211	
S _W	0,0049	0,126	0,0033	0,0007	0,0018	0,027	0,0076	0,0070	0,088	

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, un tiret « — » remplace une moyenne aberrante supprimée.

VALEURS CERTIFIÉES

teneur massique %

	C	Si	Mn	P	Cr	Al	Ti	Ca	Fe
M _M	0,150	75,2	0,230	0,0184	0,074	1,154	0,225	0,405	21,42
S _M	0,013	0,2	0,006	0,0014	0,004	0,030	0,011	0,012	0,22

Valeurs indicatives en % : Mo ≈ 0,01 ; Ni ≈ 0,025 ; As ≈ 0,025 ; B ≈ 0,005 ; Co ≈ 0,005 ; Cu ≈ 0,065

N ≈ 0,025 ; Nb < 0,001 ; Sn ≈ 0,005 ; V ≈ 0,004 ; Zr ≈ 0,015 ; Ba ≈ 0,03 ; Mg ≈ 0,045

O ≈ 0,85 ; Sr ≈ 0,01 ; Zn ≈ 0,002 ; Fe soluble dans Br₂ + CH₃OH ≈ 0,6

En considérant tous les éléments cités dans ce certificat, on obtient un bouclage très proche de 100,0 %.

DESCRIPTION DE L'ÉCHANTILLON

Voir page 4 pour les notes relatives à la sécurité - See page 4 for notes regarding safety - Sicherheitshinweis auf Seite 4 beachten.

Echantillon sous forme de poudre de granulométrie < 112 μm, conditionné en flacon de 100 g.

MCR préparé et diffusé par :



INSTITUT DE RECHERCHES DE LA SIDÉRURGIE FRANÇAISE

IRSID : B.P. 320 - 57214 MAIZIÈRES-LÈS-METZ CEDEX - FRANCE - Téléphone : 87 70 40 00 - Téléc : 860 253 F

: 185, rue du Président Roosevelt - 78105 ST-GERMAIN-EN-LAYE CEDEX - Téléphone : (1) 30 87 37 00 - Téléc : 696 248 F

SEPTEMBRE 1990

LISTE DES LABORATOIRES PARTICIPANTS

AG der Dillinger Hüttenwerke
 BCIRA
 British Ceramic Research Ltd.
 Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung (BAM)
 Hoesch Stahl AG
 Hoogovens Groep BV
 Institut de Recherches de la Sidérurgie Française (IRSID)
 Krupp Stahl AG
 Laborlux
 London & Scandinavian Metallurgical Co. Ltd.
 Lorfonte
 Morgan Material Technology Ltd.
 Péchiney Electrométallurgie (PEM), Usine de Bellegarde
 Péchiney Electrométallurgie (PEM), Usine de Chateaufeuillet
 Péchiney Electrométallurgie (PEM), Usine de Chedde
 Péchiney Electrométallurgie (PEM), Usine de Marignac
 Péchiney Electrométallurgie (PEM), Usine de Pierrefitte
 Ridsdale & Co. Ltd.
 Sollac Florange
 Sollac Fos
 Soc. OET Metalconsult
 Soc. Terni
 Treibacher Chemische Werke AG
 Ugine ACG, Usine de l'Ardoise
 Ugine ACG. Usine d'Isbergues
 Voest Alpine AG

Dillingen (RFA)
 Birmingham (R.U.)
 Stoke-on-Trent (R.U.)
 Berlin (RFA)
 Dortmund (RFA)
 Ijmuiden (PB)
 Maizières-lès-Metz (F)
 Siegen (RFA)
 Esch-sur-Alzette (L)
 Rotherham (R.U.)
 Uckange (F)
 Stourport-on-Severn (R.U.)
 Bellegarde (F)
 Bozel (F)
 Le Fayet (F)
 St Béat (F)
 Pierrefite (F)
 Middlesbrough (R.U.)
 Florange (F)
 Fos-sur-Mer (F)
 Calusco d'Adda (I)
 Terni (I)
 Treibach (A)
 Laudun (F)
 Isbergues (F)
 Linz (A)

MÉTHODES EMPLOYÉES EMRC 582-2

Élément	Ligne N°	Méthodes
C	1 2-3-5-6-7-8-9-10-11-13-14 15-16-17-18-19-20-21-22-24 4-23 12 25	Combustion ; gazovolumétrie Combustion ; absorption infrarouge Combustion ; titrage acidimétrique en milieu non aqueux Combustion ; gravimétrie Combustion ; titrage coulométrique
Si	1-3-14-17-22 2-6-10-11 4-8-9-12-13-15-19-20-21 5-16 7 18	FRX Gravimétrie ; déshydratation perchlorique Titrage acidimétrique, titrage du fluosilicate Gravimétrie ; SAM de Si résiduel dans le filtrat Gravimétrie ; déshydratation sulfurique Gravimétrie ; SAA de Si résiduel dans le filtrat
Mn	1-2-3-6-7-9-12-13-14-15-17 4-18 5-20 8-10-19-21 11 16	SAA SEP SAM, oxydation au persulfate FRX Titrage par As (III), oxydation au persulfate SAM ; oxydation au périodate
P	1-4-8-9-13-20 2 3 5-10-11-12-15-17-18-19-21 6-7-14 16	SAM ; phosphomolybdovanadate, extraction Titrage acidimétrique du phosphomolybdate d'ammonium SEP SAM ; phosphomolybdate réduit, sans extraction FRX SAM ; phosphomolybdate réduit, extraction

**MÉTHODES EMPLOYÉES
EMRC 582-2**

Élément	Ligne N°	Méthodes
Cr	1-3-5-7-9-10-11-13-15-16-17-19 2-14-18-20 4-6-8-12	SAA FRX SEP
Al	1-2-4-5-6-7-10-11-12-14-15-17-18-20 3-21 8-13-16-19-22 9	SAA ; sans séparation SEP FRX SAM ; chromazurol S
Ti	1 2-9-10-11-17 3-4-6-15-16-18-19-20 5-13-14 7-8-12 21	SAM ; tiron SAM ; acide chromotropique, sans séparation SAA SEP FRX SAM ; dioxyde d'hydrogène, sans séparation
Ca	1-2-3-4-7-11-12-13-15-17-19-20-21 5-14-16-18 6-8-9-10	SAA SEP FRX
Fe	1-3-5-6-8-10-11-17-18-19 2-7-9-13-16 4-12-14-15	Titration par Cr (VI) après réduction Sn (II) FRX Titration par Mn (VII) après réduction Sn (II)
S	1-2-4-5-7-8-10-11-12-13-14-15 3 6 9	Combustion, absorption infrarouge Titration oxydo-réducteur de SO ₂ Titration acidimétrique ; absorption dans H ₂ O ₂ ou AgNO ₃ SAM ; bleu de méthylène, séparation sous forme de sulfure

SAA : Spectrométrie d'Absorption Atomique

SEP : Spectrométrie d'Emission Plasma

FRX : Fluorescence de Rayons X

SAM : Spectrophotométrie d'Absorption Moléculaire

NOTE DE SÉCURITÉ

Le ferro silicium réagit violemment avec les oxydants. Aussi, pendant son analyse les règles de sécurité doivent toujours être observées :

- lors de la mise en solution l'opérateur doit porter des gants et des lunettes de sécurité.
- au cours de la fusion à l'aide de Na_2O_2 et Na_2CO_3 la température du creuset en carbone vitreux doit être augmentée aussi progressivement que possible.
- pendant la dissolution à l'aide de HNO_3 et HF l'acide fluorhydrique doit être ajouté par petites portions.
- pour la détermination du carbone et du soufre après combustion sous oxygène dans un four à induction, la prise d'essai doit être limitée à 0,3 gramme.

SAFETY NOTICE

Ferro-Silicon reacts very vigorously with oxidants. Therefore, during its analysis appropriate safety regulations should always be obeyed. For example :

- during decomposition wear protective gloves and safety glasses.
- during fusion with Na_2O_2 and Na_2CO_3 the temperature should be raised as gradually and evenly as possible.
- during acid dissolution with HNO_3 and HF only add the hydrofluoric acid in small amounts.
- during the determination of carbon and sulphur by combustion in an induction furnace in a stream of oxygen the sample weight should be limited to a maximum of 0,3 g.

SICHERHEITSHINWEIS

Ferrosilicium reagiert sehr heftig mit Oxidationsmitteln. Deshalb sind bei seiner Analyse stets entsprechende Vorsichtsmaßnahmen einzuhalten. Zum Beispiel :

- Beim Aufschließen Schutzhandschuhe und Sicherheitsbrille tragen.
- Beim Schmelzaufschluß mit Na_2O_2 und Na_2CO_3 die Temperatur nur schrittweise und so gleichmäßig wie möglich erhöhen.
- Beim Säureaufschluß mit HNO_3 und HF die Flußsäure nur in kleinen Portionen zugeben.
- Zum Bestimmung von Kohlenstoff und Schwefel nach Verbrennung im Sauerstoffstrom in einem Induktionsofen die Einwaage auf maximal 0,3 g begrenzen.

INFORMATIONS COMPLÉMENTAIRES

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 informations 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).