

NORME INTERNATIONALE

ISO
4552-1

Première édition
1987-12-15



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons pour analyse chimique —

Partie 1:

Ferro-chrome, ferro-silico-chrome, ferro-silicium,
ferro-silico-manganèse, ferro-manganèse

Ferroalloys — Sampling and sample preparation for chemical analysis —

*Part 1: Ferrochromium, ferrosilicochromium, ferrosilicon, ferrosilicomanganese,
ferromanganese*

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4552-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*.

ISO 4552-1:1987

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Sommaire

	Page
1 Objet et domaine d'application	1
2 Référence	1
3 Généralités	1
3.1 Définitions, règles générales d'échantillonnage et de préparation des échantillons, outils et appareillage	1
3.2 Caractères de qualité pour les exigences de la fidélité	1
4 Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison	1
5 Échantillonnage	2
5.1 Masse d'un prélèvement élémentaire	2
5.2 Nombre de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage	2
5.3 Méthode de prise des prélèvements élémentaires	3
5.4 Échantillon global	4
6 Préparation des échantillons	4
6.1 Fidélité de la préparation des échantillons	4
6.2 Division des échantillons	4
6.3 Broyage et homogénéisation	5
7 Échantillon pour essai	5
8 Bibliographie	5

Annexe

Données de base pour le calcul des paramètres de l'échantillonnage	7
A.1 Nombre de prélèvements élémentaires effectués sur une livraison	7
A.2 Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison, β_{SDM}	7

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4552-1:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70b348e1-91a8-4b76-89cf-5493aa445921/iso-4552-1-1987>

Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons pour analyse chimique —

Partie 1 :

Ferro-chrome, ferro-silico-chrome, ferro-silicium, ferro-silico-manganèse, ferro-manganèse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4552 spécifie les méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons de ferro-chrome, ferro-silico-chrome, ferro-silicium, ferro-silico-manganèse, ferro-manganèse pour la détermination de la composition chimique d'une livraison.

NOTE — Sur le plan de l'échantillonnage, le ferro-chrome se subdivise en alliages non concassables et en alliages facilement concassables. Les ferro-chromes à bas carbone et certains ferro-chromes à moyen carbone sont des alliages non concassables; certains ferro-chromes à moyen carbone et à haut carbone sont des alliages concassables.

La partie 2 de l'ISO 4552 spécifie les méthodes utilisées pour les ferro-titane, ferro-molybdène, ferro-tungstène, ferro-niobium et ferro-vanadium.

2 Référence

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales.*

3 Généralités

3.1 Définitions, règles générales d'échantillonnage et de préparation des échantillons, outils et appareillage

Voir ISO 3713.

3.2 Caractères de qualité pour les exigences de la fidélité

La fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison, β_{SDM} , la fidélité de l'échantillonnage, β_S , la fidélité de la préparation des échantillons, β_D , et la fidélité de la méthode d'analyse, β_M , à un niveau de confiance de 95 %, sont établies d'après les caractères de qualité donnés dans le tableau 1.

Tableau 1 — Caractères de qualité pour les exigences de la fidélité

Ferro-alliage	Caractère de qualité, % (m/m)
Ferro-chrome	Teneur en chrome
Ferro-silico-chrome	Teneurs en chrome et en silicium
Ferro-silicium	Teneur en silicium
Ferro-silico-manganèse	Teneurs en silicium et en manganèse
Ferro-manganèse	Teneur en manganèse

4 Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison.

Les méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons, spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4552 permettent de déterminer la composition chimique d'une livraison à un niveau de confiance de 95 %, avec la fidélité globale indiquée dans le tableau 2, en fonction de la masse de la livraison à échantillonner.

Tableau 2 — Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison

Masse de la livraison t		Fidélité globale, β_{SDM} , % (m/m)							
Plus de	Jusqu'à et inclus	FeCr non concassable	FeCr concassable	FeSiCr		FeSi	FeSiMn		FeMn
		Cr			Si			Mn	
5 000	10 000	0,68	0,53	0,54	0,56	0,74	0,43	0,44	0,43
2 500	5 000	0,69	0,53	0,56	0,56	0,75	0,43	0,45	0,44
1 000	2 500	0,69	0,54	0,56	0,57	0,75	0,44	0,46	0,44
500	1 000	0,70	0,55	0,57	0,57	0,76	0,44	0,47	0,46
250	500	0,70	0,56	0,59	0,59	0,77	0,45	0,48	0,46
100	250	0,71	0,57	0,60	0,60	0,78	0,46	0,49	0,48
50	100	0,73	0,59	0,61	0,61	0,79	0,48	0,50	0,49
25	50	0,75	0,61	0,64	0,64	0,81	0,50	0,53	0,51
10	25	0,78	0,68	0,76	0,72	0,88	0,55	0,59	0,57
5	10	0,82	0,72	0,78	0,78	0,93	0,58	0,64	0,61
	5	0,87	0,79	0,79	0,86	0,99	0,64	0,71	0,67

5 Échantillonnage

5.1 Masse d'un prélèvement élémentaire

5.1.1 La masse minimale d'un prélèvement élémentaire en fonction de la dimension granulométrique supérieure nominale constituant la livraison doit correspondre à celle indiquée dans le tableau 3.

5.1.2 Pour le ferro-chrome non concassable, la masse minimale d'un prélèvement élémentaire effectué sur chaque morceau sous forme de copeaux d'épaisseur de 0,1 à 0,2 mm ne doit pas être inférieure à 20 g.

5.2 Nombre de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage

5.2.1 Le nombre minimal de prélèvements élémentaires nécessaire pour obtenir la fidélité requise de l'échantillonnage en fonction de la masse de la livraison doit correspondre au

Tableau 3 — Masse d'un prélèvement élémentaire

Dimension granulométrique supérieure nominale mm	Masse minimale d'un prélèvement élémentaire kg				
	FeCr concassable	FeSiCr	FeSi	FeSiMn	FeMn
100 et plus	8,0	5,0	8,0	8,0	8,0
75	—	—	4,0	—	—
50	4,0	3,0	—	4,0	4,0
35	—	—	1,5	—	—
25	1,5	1,0	1,0	1,5	1,5
10 et moins	1,0	0,5	0,5	1,0	1,0

Tableau 4 — Nombre minimal de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage

NOTES

1 D'autres paramètres de l'échantillonnage peuvent être adoptés après accord entre le fournisseur et le consommateur. Dans ce cas, le nombre minimal de prélèvements élémentaires sera calculé à l'aide de la formule

$$n = \left(\frac{2\sigma_i}{\beta_S} \right)^2$$

2 Si la dimension granulométrique maximale dans une livraison est égale ou supérieure à 100 mm, les prélèvements élémentaires s'effectueront conformément à l'ISO 3713.

Tableau 4 — Nombre minimal de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage

Masse de la livraison t		Nombre minimal de prélèvements élémentaires	Fidélité de l'échantillonnage, β_S , % (m/m)						
Plus de	Jusqu'à et inclus		FeCr concassable	FeSiCr		FeSi	FeSiMn		FeMn
			Cr		Si			Mn	
5 000	10 000	33	0,28	0,28	0,31	0,31	0,23	0,26	0,24
2 500	5 000	30	0,29	0,29	0,33	0,33	0,24	0,27	0,25
1 000	2 500	28	0,30	0,30	0,34	0,34	0,25	0,28	0,26
500	1 000	25	0,32	0,32	0,36	0,36	0,26	0,30	0,28
250	500	23	0,33	0,33	0,38	0,38	0,27	0,31	0,29
100	250	20	0,36	0,36	0,40	0,40	0,29	0,33	0,31
50	100	18	0,38	0,38	0,42	0,42	0,31	0,35	0,33
25	50	15	0,41	0,41	0,46	0,46	0,34	0,39	0,36
10	25	10	0,51	0,51	0,57	0,57	0,41	0,47	0,44
5	10	8	0,57	0,57	0,64	0,64	0,46	0,53	0,49
	5	6	0,65	0,65	0,73	0,73	0,53	0,61	0,57

5.2.2 Pour le ferro-chrome non concassable, le nombre minimal de morceaux nécessaire pour obtenir la fidélité requise de l'échantillonnage en fonction de la masse de la livraison doit correspondre au tableau 5.

Tableau 5 — Nombre minimal de morceaux et fidélité de l'échantillonnage pour le ferro-chrome non concassable

Masse de la livraison t		Nombre minimal de morceaux	Fidélité de l'échantil- lonnage, β_S , % (m/m) Cr
Plus de	Jusqu'à et inclus		
5 000	10 000	39	0,26
2 500	5 000	36	0,27
1 000	2 500	33	0,28
500	1 000	29	0,30
250	500	27	0,31
100	250	24	0,33
50	100	19	0,37
25	50	16	0,40
10	25	12	0,46
5	10	9	0,53
	5	7	0,60

5.3 Méthode de prise des prélèvements élémentaires

5.3.1 Dans le cas de l'échantillonnage d'une livraison non emballée, les méthodes de prise des prélèvements élémentaires et les intervalles entre les prises de prélèvements élémentaires doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 3713.

5.3.2 Dans le cas d'une livraison emballée, les échantillons doivent être pris en une ou deux étapes.

Dans le cas de l'échantillonnage en une étape d'une livraison emballée, le nombre d'unités d'emballage à prélever doit correspondre au nombre de prélèvements élémentaires ou au

nombre de morceaux indiqué dans les tableaux 4 ou 5. Un seul prélèvement élémentaire doit être pris sur chaque unité d'emballage prélevée.

Dans le cas de l'échantillonnage en deux étapes, le nombre d'unités d'emballage prélevées lors d'une première étape, ainsi que le nombre de prélèvements élémentaires tirés d'une unité d'emballage doivent être calculés par l'équation (8) de l'ISO 3713. M_p et n_s doivent être choisis de telle façon que la valeur β_S ne dépasse pas celles indiquées dans les tableaux 4 et 5 pour la masse correspondante d'une livraison.

Les méthodes de la prise des unités d'emballage et des prélèvements élémentaires de ces unités d'emballage doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 3713.

5.3.3 Pour le ferro-chrome non concassable, les méthodes de l'échantillonnage des morceaux doivent être analogues aux méthodes de prise des prélèvements élémentaires d'une livraison emballée aussi bien que d'une livraison non emballée (voir 5.3.1).

5.3.4 Des prélèvements élémentaires doivent être obtenus à partir de ferro-chrome non concassable par l'une des méthodes suivantes :

a) Si on peut identifier facilement les surfaces supérieure et inférieure du morceau, un prélèvement élémentaire sous forme de copeaux doit être obtenu par fraisage, rabotage ou perçage sur toute l'épaisseur du morceau, de sa surface supérieure jusqu'à sa surface inférieure, comme représenté sur la figure 1.

b) Si on peut identifier facilement les surfaces supérieure et inférieure du morceau, mais si toutefois sa grande épaisseur empêche de prendre un prélèvement élémentaire par la méthode a), on peut effectuer le perçage perpendiculairement à la surface de la fracture en quatre points écartés l'un de l'autre à intervalles égaux. L'écartement entre les trous

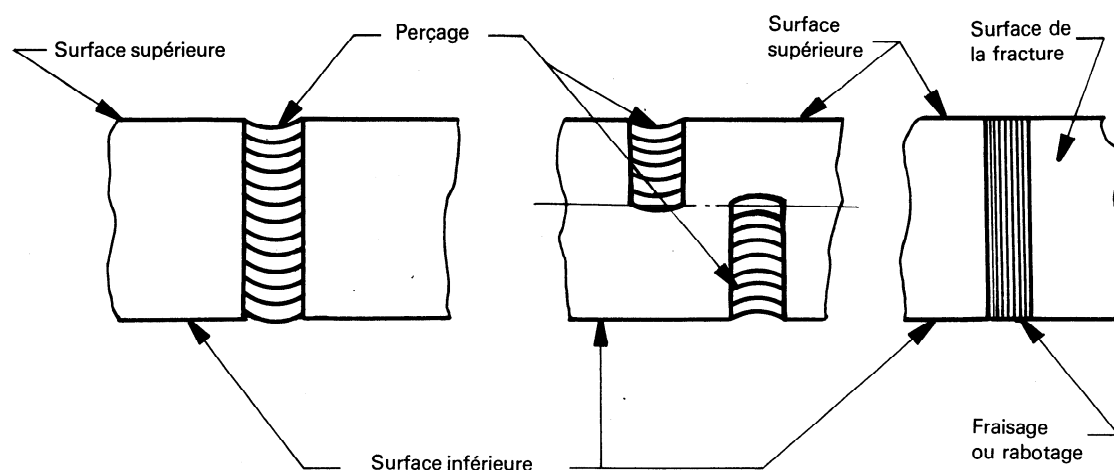


Figure 1 — Processus de prise d'un prélèvement élémentaire sur un morceau de ferro-chrome non concassable

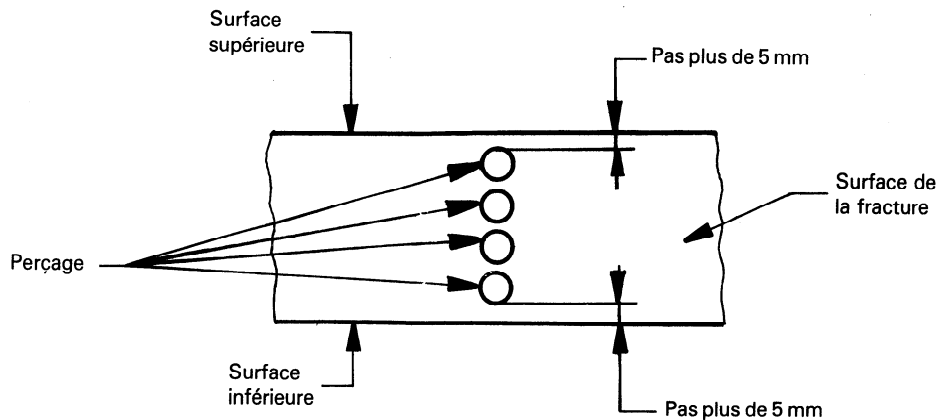


Figure 2 — Processus de prise d'un prélèvement élémentaire d'un morceau de ferro-chrome non concassable par forage perpendiculairement à la surface de la fracture

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4552-1:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70b348e1-91a8-4b76-89cf-5493aa445921/iso-4552-1-1987>

extrêmes et les surfaces supérieure et inférieure du morceau ne doit pas dépasser 5 mm, comme indiqué sur la figure 2. Il faut veiller à ce que les copeaux soient de masse égale.

c) Si les surfaces supérieure et inférieure d'un morceau sont difficiles à identifier, le prélèvement doit être effectué à travers toute la section du morceau, choisie au hasard, par broyage ou façonnage. L'opération de forage doit être effectuée en des points choisis au hasard.

Tableau 6 — Fidélité de la préparation des échantillons

Ferro-alliage	Fidélité de la préparation des échantillons, $\pm \beta_D$, % (m/m)		
	Cr	Si	Mn
Ferro-chrome			
— concassable	0,4		
— non concassable	0,6		
Ferro-silico-chrome	0,4	0,4	
Ferro-silicium		0,6	
Ferro-silico-manganèse		0,3	0,3
Ferro-manganèse			0,3

5.4 Échantillon global

Les prélèvements élémentaires effectués dans une livraison doivent être combinés en un échantillon global conformément à l'ISO 3713.

6 Préparation des échantillons

6.1 Fidélité de la préparation des échantillons

Les méthodes pour la préparation des échantillons spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4552 permettent d'obtenir la fidélité de la préparation des échantillons, à un niveau de confiance de 95 %, indiqué dans le tableau 6.

6.2 Division des échantillons

6.2.1 Les méthodes pour la division des échantillons doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 3713.

6.2.2 Un échantillon global doit être broyé pour obtenir les particules passant à travers un tamis d'ouverture de maille 10 mm × 10 mm sans refus. Un échantillon global ou un sous-échantillon doit être ensuite divisé conformément au tableau 7, et les prélèvements élémentaires doivent être divisés, si nécessaire, conformément aux méthodes de division de l'ISO 3713.

Un exemple de la division de l'échantillon global est donné sur la figure 3.

Tableau 7 — Règles de la division d'un échantillon global ou d'un sous-échantillon

Dimension granulométrique supérieure de l'échantillon divisé mm	Masse minimale de l'échantillon divisé kg
10,0	15,0
5,0	3,0
2,8	1,5
1,0	0,400
0,250	0,200

6.3 Broyage et homogénéisation

Les méthodes de broyage et d'homogénéisation doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 3713.

7 Échantillon pour essai

7.1 La masse d'un échantillon pour essai destiné à l'analyse chimique ne doit pas être inférieure à 50 g. La dimension granulométrique supérieure d'un échantillon pour essai ne doit pas dépasser 160 µm. La dimension granulométrique supérieure d'un échantillon de ferro-chrome non concassable préparé sous forme de copeaux ne doit pas dépasser 1,6 mm.

7.2 Le nombre d'échantillons pour essai, leur emballage et étiquetage doivent être conformes aux spécifications de l'ISO 3713.

8 Bibliographie

ISO 5445, *Ferro-silicium — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5446, *Ferro-manganèse — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5447, *Ferro-silico-manganèse — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5448, *Ferro-chrome — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5449, *Ferro-silico-chrome — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 7087, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité et méthodes de contrôle de la fidélité de l'échantillonnage.*

ISO 7347, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle de l'erreur systématique d'échantillonnage et de préparation des échantillons.*

ISO 7373, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales de contrôle de la fidélité de la division des échantillons.*

[ISO 4552-1:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70b348e1-91a8-4b76-89cf-5493aa445921/iso-4552-1-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70b348e1-91a8-4b76-89cf-5493aa445921/iso-4552-1-1987>