

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
4552-2

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 2:

Ferro-titane, ferro-molybdène, ferro-tungstène,  
ferro-niobium, ferro-vanadium

*Ferroalloys — Sampling and sample preparation for chemical analysis —*  
*Part 2: Ferrotitanium, ferromolybdenum, ferrotungsten, ferroniobium, ferrovanadium*

## 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 4552-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*.

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	Références .....	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 .....	3
6	Préparation des échantillons .....	3
6.1	Fidélité de la préparation des échantillons .....	3
6.2	Division des échantillons .....	3
6.3	Broyage et homogénéisation .....	4
7	Échantillon pour essai .....	4
8	Bibliographie .....	4

## Annexe

	Données de base pour le calcul des paramètres de l'échantillonnage .....	5
A.1	Nombre de prélèvements élémentaires effectués sur une livraison .....	5
A.2	Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison, $\beta_{SDM}$ .....	5

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4552-2:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa720fc0-62f6-4be2-ab80-632eb4a59af2/iso-4552-2-1987>

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

## Partie 2:

Ferro-titane, ferro-molybdène, ferro-tungstène, ferro-niobium, ferro-vanadium

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4552-2:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa720fc0-62f6-4be2-ab80-632eb4a59af2/iso-4552-2-1987>

### 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-titane, ferro-molybdène, ferro-tungstène, ferro-niobium, ferro-vanadium pour la détermination de la composition chimique d'une livraison.

La partie 1 de l'ISO 4552 spécifie les méthodes utilisées avec les ferro-chrome, ferro-silico-chrome, ferro-silicium, ferro-silico-manganèse et ferro-manganèse.

### 2 Références

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

ISO 6467, *Ferro-vanadium — Dosage du vanadium — Méthode potentiométrique.*

### 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,  $\beta_{SDM}$ , la fidélité de l'échantillonnage,  $\beta_S$ , la fidélité de la préparation des échantillons,  $\beta_D$ , et la fidélité de la méthode d'analyse,  $\beta_M$ , 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-titane	Teneur en titane
Ferro-molybdène	Teneur en molybdène
Ferro-tungstène	Teneur en tungstène
Ferro-niobium	Teneur en niobium
Ferro-vanadium	Teneur en vanadium

### 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**

Masse d'une livraison t		Fidélité globale, ± β <sub>SDM</sub> % (m/m)				
Plus de	Jusqu'à et inclus	FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV
		Ti	Mo	W	Nb	V
40	64	0,81	—	—	—	0,74
25	40	0,82	—	—	—	0,75
16	25	0,83	0,90	0,90	0,88	0,75
10	16	0,83	0,91	0,91	0,89	0,76
5	10	0,84	0,92	0,92	0,90	0,77
3	5	0,86	0,93	0,93	0,91	0,78
1	3	0,88	0,95	0,95	0,93	0,80
0,5	1	0,90	0,98	0,98	0,95	0,82
	0,5	0,95	1,03	1,03	0,98	0,89

## 5 Échantillonnage

### 5.1 Masse d'un prélèvement élémentaire

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

**Tableau 3 — Masse d'un prélèvement élémentaire**

Dimension des particules maximales mm	Masse minimale d'un prélèvement élémentaire kg				
	FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV
> 50	5,0	5,0	5,0	3,5	1,0
50	3,5	3,5	3,5	2,5	0,5
25	1,5	1,5	1,5	1,0	0,2
< 10	0,5	0,5	0,5	0,2	0,2

### 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 4.

NOTE — 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

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

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

Masse d'une livraison t		Nombre minimal de prélèvements élémentaires	Fidélité de l'échantillonnage, ± β <sub>s</sub> % (m/m)			
Plus de	Jusqu'à et inclus		FeTi	FeMo	FeW	FeNb
			Ti	Mo	W	Nb
40	64	28	0,23	—	—	—
25	40	24	0,25	—	—	—
16	25	20	0,27	0,29	0,29	0,25
10	16	17	0,29	0,32	0,32	0,27
5	10	14	0,32	0,35	0,35	0,29
3	5	11	0,36	0,39	0,39	0,33
1	3	9	0,40	0,43	0,43	0,37
0,5	1	7	0,45	0,49	0,49	0,42
	0,5	5	0,54	0,58	0,58	0,49

**Tableau 5 — Nombre minimal de prélèvements élémentaires et fidélité de l'échantillonnage pour le ferro-vanadium**

Masse d'une livraison t		Nombre minimal de prélèvements élémentaires	Fidélité de l'échantillonnage, ± β <sub>s</sub> % (m/m)
Plus de	Jusqu'à et inclus		V
40	64	23	0,19
25	40	20	0,20
16	25	17	0,22
10	16	14	0,24
5	10	11	0,27
3	5	9	0,30
1	3	7	0,34
0,5	1	5	0,40
	0,5	3	0,52

5.2.2 Pour le ferro-vanadium, le nombre minimal de prélèvements élémentaires nécessaire pour atteindre la fidélité requise de l'échantillonnage en fonction de la masse de la livraison doit correspondre au tableau 5.

### 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 de l'échantillonnage d'une livraison sous emballage, le nombre d'unités d'emballage à prélever doit correspondre au nombre de prélèvements élémentaires indiqué dans les tableaux 4 et 5. Un seul prélèvement élémentaire doit être pris dans chaque unité d'emballage prélevée.

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

### 5.4 Échantillon global

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

S'il est nécessaire d'obtenir une fidélité plus grande de la détermination des caractères de qualité de la livraison, chaque prélèvement élémentaire ou sous-échantillon doit être préparé séparément.

## 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.

Tableau 6 — Fidélité de la préparation des échantillons

Ferro-alliage	Fidélité de la préparation des échantillons, $\pm \beta_D$ , % (m/m)
Ferro-titane	0,5 Ti
Ferro-molybdène	0,6 Mo
Ferro-tungstène	0,6 W
Ferro-niobium	0,6 Nb
Ferro-vanadium	0,4 V

### 6.2 Division des échantillons

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

6.2.2 Un échantillon global ou un prélèvement élémentaire doit être broyé pour obtenir les particules passant à travers un tamis d'ouverture de maille 10 mm × 10 mm sans refus, et doit être ensuite divisé conformément au tableau 7.

Un exemple de la division d'un échantillon global est donné sur la figure.

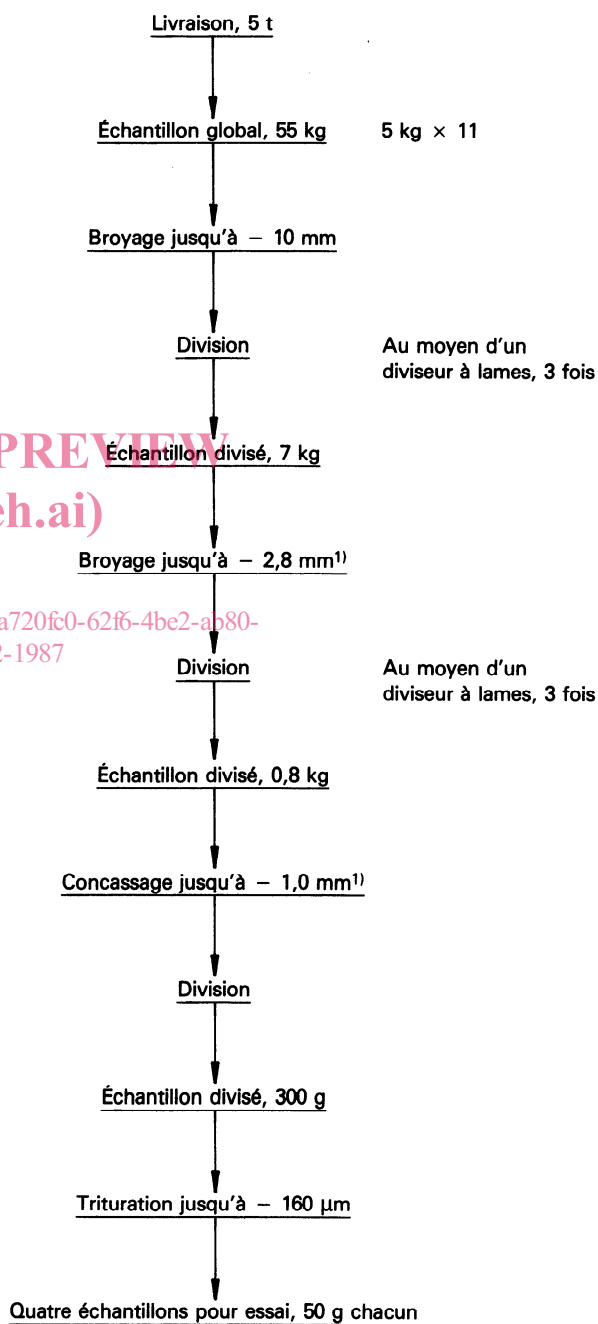


Figure — Schéma de la préparation d'un échantillon global (exemple pour le ferro-titane)

1) Une de ces étapes peut être omise.

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

Dimension granulométrique supérieure de l'échantillon mm	Masse minimale de l'échantillon divisé kg	
	FeTi, FeNb	FeMo, FeW, FeV
10	7,0	13,0
5	1,2	2,0
2,8	0,7	1,0
1,0	0,3	0,4
0,5	0,2	0,2

### 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 et, pour le ferro-vanadium, 250 µm (voir ISO 6467).

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

## 8 Bibliographie

ISO 5450, *Ferro-tungstène — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5451, *Ferro-vanadium — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5452, *Ferro-molybdène — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5453, *Ferro-niobium — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 5454, *Ferro-titane — Spécifications et conditions de livraison.*

ISO 7087, *Ferro-alliages — Méthodes expérimentales d'évaluation de la variation de qualité et méthode 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 4552-2:1987](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa720fc0-62f6-4be2-ab80-632eb4a59af2/iso-4552-2-1987)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa720fc0-62f6-4be2-ab80-632eb4a59af2/iso-4552-2-1987>



## Annexe

## Données de base pour le calcul des paramètres de l'échantillonnage

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

**A.1 Nombre de prélèvements élémentaires effectués sur une livraison**

Voir tableaux 4 et 5.

**A.1.1 Formule pour calculer le nombre de prélèvements élémentaires**

Le nombre de prélèvements élémentaires effectués sur une livraison est calculé à l'aide de l'équation (6) de l'ISO 3713.

Le facteur de correction  $\frac{N-n}{N-1}$  est supposé égal à 1.**A.1.2 Hétérogénéité d'une livraison** (écart-type entre les prélèvements élémentaires,  $\sigma_i$ )L'écart-type entre les prélèvements élémentaires,  $\sigma_i$ , est déterminé expérimentalement. Les valeurs de  $\sigma_i$  adoptées pour calculer le nombre de prélèvements élémentaires sont données dans le tableau 8.**A.1.3 Fidélité de l'échantillonnage,  $\beta_S$** La fidélité de l'échantillonnage est admise d'environ  $\pm 0,20$  % pour les livraisons de masse de 64 t jusqu'à environ  $\pm 0,55$  % pour les livraisons de masse de 0,5 t, ce qui assure une valeur maximale de la fidélité globale,  $\beta_{SDM}$ , ne dépassant pas  $\pm 1,0$  %.**A.2 Fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison,  $\beta_{SDM}$** **A.2.1 Formule pour le calcul**

La fidélité globale de la détermination de la composition chimique d'une livraison, pour une détermination unique, est calculée par l'équation (1) de l'ISO 3713.

**A.2.2 Hétérogénéité d'une livraison,  $\sigma_i$ , et nombre de prélèvements élémentaires,  $n$** 

Voir chapitre A.1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa7201c0-6216-4be2-ab80-632eb4a59af2/iso-4552-2-1987>

Tableau 8 – Valeurs de l'hétérogénéité des livraisons

Comité membre	Écart-type entre les prélèvements élémentaires, $\sigma_i$ , % (m/m)							
	FeMo		FeW	FeTi		FeNb	FeV*	
	HC	BC		(à basse teneur en Ti)	(à haute teneur en Ti)		(à basse teneur en V)	(à haute teneur en V)
	Mo		W	Ti		Nb	V	
Japon	0,65	0,45	0,56	0,465		0,353	0,261	—
U.R.S.S.	—	0,70	0,67	0,345	0,67	0,63	—	0,57
$\sigma_i$	0,65	0,59	0,62	—	0,576	0,51	0,44	
	0,62							
Adopté pour les calculs	0,65		0,65	0,60		0,55	0,45	

\* La nuance du ferro-vanadium FeV40 est fabriquée à partir de la scorie du convertisseur à haute teneur en vanadium.