NORME INTERNATIONALE

ISO 4935

Première édition
1989-09-15

Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Steel and iron — Determination of sulfur content — Infrared absorption method after combustion in an induction furnace

ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

NORME ISO

Numéro de référence
ISO 4935 : 1989 (F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4935 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier.*

ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

Les annexes A, B, et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1989
Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Imprimé en Suisse

Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du soufre dans les aciers et les fontes par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.

La méthode est applicable aux teneurs en soufre comprises entre 0,002 % (m/m) et 0,10 % (m/m)

2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-
iso-4935-1989

ISO 377 : 1985, *Acier corroyé — Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes.*

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Combustion d'une prise d'essai dans un courant d'oxygène porté à haute température dans un four à induction haute fréquence en présence de fondants et d'accélérateurs. Transformation du soufre en dioxyde de soufre.

Mesurage de l'absorption du dioxyde de soufre dans l'infrarouge dans un courant d'oxygène.

4 Réactifs et matériels

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.1 Oxygène, 99,5 % (m/m) minimum.

Si l'on soupçonne l'oxygène de contenir des polluants organiques on peut, avant de l'envoyer dans l'appareil de purification (voir annexe C), le faire passer dans un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine] chauffé à une température supérieure à 450 °C.

4.2 Fer pur, à teneur en soufre faible connue inférieure à 0,000 5 % (m/m).

4.3 Solvant convenable, approprié à laver les échantillons pour essai gras ou sales, par exemple, acétone.

4.4 Perchlorate de magnésium [$Mg(ClO_4)_2$], de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm.

4.5 Accélérateur, tungstène exempt de soufre ou à teneur en soufre connue inférieure à 0,000 5 %(m/m). La grosseur de maille de l'accélérateur peut dépendre du type d'appareillage utilisé.

4.6 Soufre, solutions étalons.

Peser, à 0, 1 mg près, les masses de sulfate de potassium [titre minimal: 99,9 % (m/m)] indiquées dans le tableau 1. Sécher préalablement à une température comprise entre 105 °C et 110 °C pendant 1 h, ou à masse constante, et refroidir dans un dessiccateur.

Tableau 1

Référence de la solution étalon de soufre	Masse de sulfate de potassium g	Concentration en soufre mg/ml
4.6.1	0,217 4	0,40
4.6.2	0,380 4	0,70
4.6.3	0,543 4	1,00
4.6.4	1,086 9	2,00
4.6.5	1,902 2	3,50
4.6.6	2,717 2	5,00
4.6.7	4,347 5	8,00

Transvaser ces masses dans sept béchers de 100 ml et mettre en solution avec de l'eau.

Transvaser quantitativement dans sept fioles jaugées de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.7 Céramique inerte (attapulgite), de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm, imprégnée d'hydroxyde de sodium.

5 Appareillage

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des appareillages ordinaires de laboratoire.

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1, à l'ISO 648 ou à l'ISO 1042, selon le cas.

L'appareillage requis pour la combustion est un four à induction haute fréquence, et l'appareil de mesure de l'absorption dans l'infrarouge du dioxyde de soufre ainsi formé peut être commercialisé par un certain nombre de fabricants. Suivre les instructions d'emploi du fabricant.

Les caractéristiques des appareils commercialisés sont données dans l'annexe C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Micropipettes, de 50 µl et 100 µl, la limite d'erreur doit être inférieure à 1 µl.

5.2 Capsule en étain, diamètre environ 6 mm, hauteur 18 mm, masse 0,3 g et volume approximativement 0,4 ml.

ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

5.3 Creuset en céramique, pouvant être soumis à la combustion dans un four à induction.

Calciner les creusets dans un four électrique dans l'air ou dans un courant d'oxygène pendant au moins 2 h à 1 100 °C et les conserver dans un dessiccateur avant l'emploi.

NOTE — Pour doser les faibles teneurs en soufre, il est conseillé de calciner les creusets à 1 350 °C dans un courant d'oxygène.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage suivant les indications de l'ISO 377 ou, pour les fontes, selon les normes nationales appropriées.

7 Mode opératoire

CONSIGNES DE SÉCURITÉ — Les risques entraînés par une analyse avec combustion sont principalement des risques de brûlure lors de la précalcination des creusets en céramique et lors des fusions. Employer toujours des pinces à creuset et des récipients appropriés pour les creusets usagés. Observer les précautions habituelles pour manipuler les bouteilles à oxygène. L'oxygène utilisé doit être éliminé efficacement, car une concentration élevée en oxygène dans un espace confiné engendre des risques d'incendie.

7.1 Conditionnement de l'appareillage

Purifier l'alimentation en oxygène en faisant circuler ce gaz dans deux tubes garnis, l'un d'attapulgite imprégnée d'hydroxyde de sodium (4.7), et l'autre de perchlorate de magnésium (4.4). Maintenir un débit suffisant entre deux analyses. Maintenir un filtre en laine de verre ou une grille en acier inoxydable comme collecteur de poussières. Le nettoyer et le changer à chaque fois que cela s'avère nécessaire. Nettoyer fréquemment l'enceinte du four, la colonne support et le piège du filtre pour empêcher les accumulations d'oxyde.

Après une coupure prolongée de l'alimentation électrique, laisser l'appareil se stabiliser pendant le temps recommandé par le fabricant.

Après un nettoyage du four et/ou un changement des filtres, ou lorsque l'appareil n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'appareillage en faisant brûler plusieurs échantillons analogues aux échantillons à doser avant de procéder réellement à l'analyse.

Balayer l'appareillage par un courant d'oxygène et effectuer les réglages nécessaires à l'obtention du zéro.

Si l'appareil utilisé fournit une lecture directe en pourcentage de la teneur en soufre, régler comme suit les lecture de l'appareil sur chaque plage d'étalonnage.

Choisir un matériau de référence certifié dont la teneur en soufre est proche de la teneur maximale en soufre de la série d'étalonnage; mesurer la teneur en soufre du matériau de référence certifié de la manière prescrite en 7.4.

Régler la lecture relevée sur l'instrument sur la valeur certifiée.

NOTE — Ce réglage doit être fait avant l'étalonnage comme prescrit en 7.5. Il n'est pas susceptible de remplacer ou de rectifier l'étalonnage.

7.2 Prise d'essai

Dégraisser les échantillons pour essai par lavage dans un solvant convenable (4.3). Évaporer en chauffant pour éliminer les dernières traces de liquide de lavage.

Peser, à 1 mg près, 1 g d'échantillon pour essai pour les teneurs en soufre inférieures à 0,04 % (m/m) et 0,5 g pour les teneurs en soufre supérieures ou égales à 0,04 % (m/m).

NOTE — La masse de la prise d'essai peut être fonction du type d'appareil utilisé.

7.3 Essai à blanc

Avant le dosage, effectuer en double les essais à blanc suivants.

Transférer une capsule en étain (5.2) dans un creuset en céramique (5.3). Presser légèrement la capsule contre le fond du creuset. Ajouter la même quantité de fer pur (4.2) que pour la prise d'essai (7.2) et 1,5 g ± 0,1 g d'accélérateur (4.5).

Traiter le creuset et son contenu de la manière prescrite dans les deuxième et troisième alinéas de 7.4.

Relever les lectures des essais à blanc et convertir ces valeurs en milligrammes de soufre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5).

La valeur de l'essai à blanc s'obtient par soustraction de la masse de soufre présente dans le fer pur (4.2) utilisé (voir note 1) de la masse de soufre de l'essai à blanc.

La valeur moyenne de l'essai à blanc ($\overline{m}_1$) se calcule d'après les valeurs des deux essais à blanc (voir note 2).

NOTES

1 Déterminer la teneur en soufre du fer pur (4.2) comme suit.

Préparer deux creusets en céramique (5.3). Transférer dans chacun une capsule en étain (5.2) et presser celle-ci légèrement contre le fond du creuset.

Ajouter dans un creuset en céramique 0,500 g de fer pur (4.2) et 1,000 g dans l'autre. Couvrir dans chaque cas de 1,5 g ± 0,1 g d'accélérateur (4.5).

Traiter le creuset et son contenu de la manière prescrite dans les deuxième et troisième alinéas de 7.4.

Convertir les valeurs obtenues en milligrammes de soufre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5).

La masse (m_2) de soufre additionnée de 0,500 g de fer pur, est obtenue en soustrayant la valeur (m_3) correspondant à 0,500 g de fer pur de celle (m_4) de 1,000 g de fer pur. La masse (m_5) de soufre additionnée de 1,000 g de fer pur est double de la masse (m_2) de soufre additionnée de 0,500 g de fer pur

$$m_5 = 2 \times m_2 = 2 \times (m_4 - m_3)$$

2 La valeur moyenne de l'essai à blanc ne doit pas dépasser 0,005 mg de soufre et la différence entre les valeurs des deux essais à blanc ne doit pas dépasser 0,003 mg de soufre. Si cette valeur est anormalement élevée, rechercher la source de pollution et éliminer.

7.4 Dosage

Transférer une capsule en étain (5.2) dans un creuset en céramique (5.3). Presser légèrement la capsule contre le fond du creuset, ajouter la prise d'essai (7.2) et recouvrir de 1,5 g ± 0,1 g d'accélérateur (4.5).

Placer le creuset en céramique et son contenu sur la colonne support, amener en position de combustion et verrouiller le système. Mettre en fonctionnement le four suivant les instructions du fabricant.

À la fin du cycle de combustion et de dosage, enlever le creuset et le jeter, puis enregistrer la valeur donnée par l'analyseur.

7.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.5.1 Échantillons ayant une teneur en soufre inférieure à 0,005 % (m/m)

7.5.1.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

À l'aide de la micropipette de 50 µl (5.1), transvaser dans quatre capsules en étain (5.2) l'eau (terme zéro) et les solutions étalons de soufre (4.6) comme indiqué dans le tableau 2.

Évaporer doucement à 90 °C jusqu'à siccité complète et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

Tableau 2

Référence de la solution étalon de soufre	Masse de soufre µg	Teneur en soufre de la prise d'essai % (m/m)
Eau	0	0,000 0
4.6.1	20	0,002 0
4.6.2	35	0,003 5
4.6.3	50	0,005 0

7.5.1.2 Mesurages

Transférer la capsule en étain de 7.5.1.1 dans un creuset en céramique (5.3). Presser légèrement la capsule contre le fond du creuset, ajouter 1,000 g de fer pur (4.2) et recouvrir de 1,5 g ± 0,1 g d'accélérateur (4.5).

Traiter le creuset et son contenu de la manière prescrite dans les deuxième et troisième alinéas de 7.4.

7.5.1.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Calculer la valeur nette par soustraction de la lecture obtenue pour le terme zéro à la lecture obtenue pour chaque solution de la gamme d'étalonnage.

Préparer une courbe d'étalonnage en portant cette valeur nette en fonction de la masse de soufre, en milligrammes, contenue dans chaque solution de la gamme d'étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7b8a8f0d1b2f/iso-4935-1989

7.5.2 Échantillons ayant une teneur en soufre comprise entre 0,005 % (m/m) et 0,04 % (m/m)

7.5.2.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

À l'aide de la micropipette de 50 µl (5.1), transvaser dans cinq capsules en étain (5.2) l'eau (terme zéro) et les solutions étalons de soufre (4.6) comme indiqué dans le tableau 3.

Évaporer doucement à 90 °C jusqu'à siccité complète et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

Tableau 3

Référence de la solution étalon de soufre	Masse de soufre µg	Teneur en soufre de la prise d'essai % (m/m)
Eau	0	0,000 0
4.6.3	50	0,005 0
4.6.4	100	0,010 0
4.6.6	250	0,025 0
4.6.7	400	0,040 0

7.5.2.2 Mesurages

Traiter de la manière prescrite en 7.5.1.2.

7.5.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Traiter de la manière prescrite en 7.5.1.3.

7.5.3 Échantillons ayant une teneur en soufre comprise entre 0,004 % (m/m) et 0,1 % (m/m)

7.5.3.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

À l'aide de la micropipette de 100 µl (5.1), transvaser dans cinq capsules en étain (5.2) l'eau (terme zéro) et les solutions étalons de soufre (4.6) comme indiqué dans le tableau 4.

Évaporer doucement à 90 °C jusqu'à siccité complète et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

Tableau 4

Référence de la solution étalon de soufre	Masse de soufre µg	Teneur en soufre de la prise d'essai % (m/m)
Eau	0	0,000 0
4.6.3	100	0,020 0
4.6.4	200	0,040 0
4.6.5	350	0,070 0
4.6.6	500	0,100 0

7.5.3.2 Mesurages

Transférer la capsule en étain de 7.5.3.1 dans un creuset en céramique (5.3). Presser légèrement la capsule contre le fond du creuset, ajouter 0,500 g de fer pur (4.2) et recouvrir de 1,5 g ± 0,1 g d'accélérateur (4.5).

Traiter de la manière prescrite dans les deuxième et troisième alinéas de 7.4.

7.5.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Traiter de la manière prescrite en 7.5.1.3.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Convertir la lecture correspondant à la prise d'essai en milligrammes de soufre (m_0) à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5).

La teneur en soufre, exprimée en pourcentage en masse, w_S, est donnée par l'équation

$$w_S = \frac{(m_0 - \overline{m}_1)}{m \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{(m_0 - \overline{m}_1)}{10m}$$

où

m_0 est la masse, en milligrammes, de soufre dans la prise d'essai;

$\overline{m}_1$ est la masse, en milligrammes, de soufre dans l'essai à blanc (7.3);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2).

8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 22 laboratoires, à 15 niveaux de teneur en soufre, chaque laboratoire ayant fait trois dosages du soufre à chaque niveau (voir notes 1 et 2).

Les échantillons pour essai utilisés et les résultats moyens obtenus sont mentionnés dans le tableau A.1.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en soufre, la répétabilité (r) et les reproductibilités (R et R_w) des résultats (voir note 3) comme indiqué dans le tableau 5. La représentation graphique des données de fidélité fait l'objet de l'annexe B.

Tableau 5

Niveau de soufre % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité R	Reproductibilité R_w
0,002	0,000 21	0,000 59	0,000 25
0,005	0,000 37	0,001 11	0,000 48
0,010	0,000 57	0,001 79	0,000 77
0,020	0,000 88	0,002 89	0,001 26
0,050	0,001 56	0,005 43	0,002 39
0,100	0,002 41	0,008 75	0,003 89

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

NOTES

1 Deux des trois dosages ont été effectués dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire un seul opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques (le même étalonnage) et dans une période de temps minimale.

2 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (un autre jour) par le même opérateur qu'en note 1, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

3 La répétabilité (r) et la reproductibilité (R) ont été calculées sur les deux valeurs obtenues le premier jour (jour 1) par la procédure prescrite dans l'ISO 5725. La reproductibilité intra-laboratoire (R_w) a été calculée sur la première valeur obtenue le jour 1 et la valeur obtenue le jour 2.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) tous les renseignements nécessaires pour l'identification des échantillons, les laboratoires et les dates de dosage;

b) la méthode utilisée par référence à la présente Norme internationale;

c) les résultats et leur mode d'expression;

d) toute anomalie observée pendant le dosage;

e) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou toute opération facultative pouvant avoir influé sur les résultats.

Annexe A
(informative)

Informations supplémentaires sur les essais coopératifs internationaux

Le tableau 5 a été établi à partir des résultats des essais analytiques internationaux effectués en 1985 sur 11 échantillons d'acier et quatre échantillons de fonte dans 22 laboratoires de cinq pays différents.

Les résultats des essais figurent dans le document ISO/TC 17/1 N 673 d'avril 1986. La représentation graphique des données de fidélité fait l'objet de l'annexe B.

Les échantillons pour essai utilisés sont mentionnés dans le tableau A.1.

Tableau A.1

Échantillon		Teneur en soufre % (m/m) Certifiée	Trouvée $\overline{w}_1$	Trouvée $\overline{w}_2$
IRSID 487-1	Fonte	0,000 7	0,000 58	0,000 70
BAS 088-1	Fer haute pureté	0,001 9	0,002 06	0,002 09
BAM 885-1	Acier 18Ni.5Mo.9Co	0,002 4	0,002 12	0,002 10
BAM 184-1	Acier faiblement allié	0,003 2	0,002 87	0,002 88
BAM 129-2	Acier faiblement allié	0,004 4	0,003 56	0,003 56
BAM 128-1	Acier au carbone	0,007	0,007 09	0,007 04
CTIF C 76	Fonte	(0,009)	0,008 14	0,008 03
BAS 281-1	Acier inoxydable	0,016	0,016 7	0,016 6
JSS 241-7	Acier au carbone	0,020	0,018 8	0,018 8
JSS 150-8	Acier faiblement allié	0,030	0,030 0	0,030 0
JSS 245-1	Acier au carbone	0,060	0,061 2	0,061 3
CTIF FB 10-1	Fonte	0,089	0,090 2	0,090 8
CTIF FB 12	Fonte	0,155	0,160 3	0,160 7
BAM 286-1	Acier inoxydable de décolletage au soufre	0,280	0,286 8	0,286 2
IRSID 022-1	Acier de décolletage au soufre	0,300	0,313 2	0,312 3

$\overline{w}_1$: moyenne générale d'un même jour

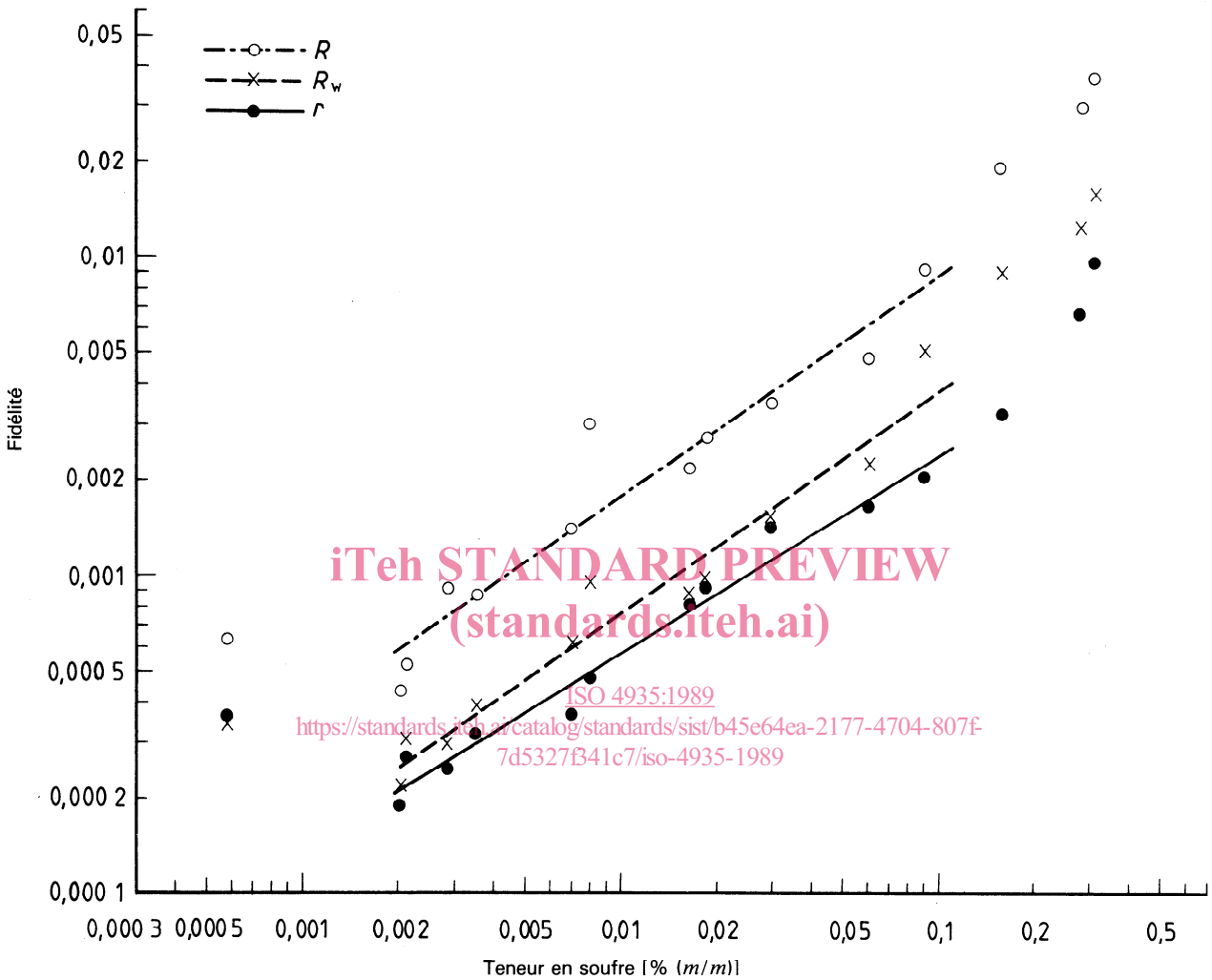
$\overline{w}_2$: moyenne générale inter-jours

( ) : valeur non certifiée

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4f4-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

Annexe B
(informative)

Représentation graphique des données de fidélité



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b45e64ea-2177-4704-807f-7d5327f341c7/iso-4935-1989

Figure B.1 — Relation logarithmitique entre la teneur en soufre [% (m/m)] et la répétabilité (r) ou les reproductibilités (R et R_w)

$\lg r = 0{,}622\,12 \lg w - 1{,}996\,5$

$\lg R_w = 0{,}700\,66 \lg w - 1{,}709\,4$

$\lg R = 0{,}688\,78 \lg w - 1{,}369\,3$

Annexe C
(informative)

Caractéristiques des fours à induction haute fréquence et des analyseurs de soufre à l'infrarouge du commerce

C.1 Source d'oxygène, munie d'une soupape de régulation fine et d'un manomètre. Le régulateur de pression sert à contrôler la pression d'oxygène arrivant dans le four suivant les instructions du fabricant (généralement 28 kN/m^2).

C.2 Appareil de purification, contenant de l'attapulgite imprégnée d'hydroxyde de sodium dans un tube absorbant le dioxyde de carbone, et du perchlorate de magnésium dans un tube de déshydratation.

C.3 Débitmètre, pouvant mesurer un courant d'oxygène de 0 à 4 l/min.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

C.4 Four à induction haute fréquence

C.4.1 Le four de combustion se compose d'une bobine d'induction et d'un générateur de haute fréquence. La chambre du four est un tube en silice (de 30 mm à 40 mm de diamètre extérieur, de 26 mm à 36 mm de diamètre intérieur et de 200 mm à 220 mm de longueur) qui s'adapte à l'intérieur de la bobine d'induction. Ce tube est garni, au fond et au sommet, de plaques métalliques qui s'adaptent de façon étanche au tube par l'intermédiaire de joints toriques. Des orifices d'entrée et de sortie du gaz sont percés dans les plaques métalliques.

ISO 4935:1989
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1c5b4dc-b175-4b04-bb7b-7d53275341c7/iso-4935-1989

C.4.2 Le générateur fait habituellement de 1,5 kVA à 2,5 kVA, mais la fréquence utilisée par les fabricants peut varier. On trouve des valeurs de 2 MHz à 6 MHz; 15 MHz; et 20,0 MHz. La puissance fournie par le générateur est transmise à la bobine d'induction qui entoure le tube en silice; celle-ci est généralement refroidie à l'air pulsé.

C.4.3 Le creuset contenant l'échantillon, le fondant et l'accélérateur est placé sur un support dont la position est fixée avec précision, de telle sorte que lorsqu'il a été mis à la bonne hauteur, le métal contenu dans le creuset se trouve situé correctement dans la bobine d'induction pour favoriser un bon couplage après mise sous tension.

C.4.4 Le diamètre de la bobine d'induction, le nombre de spires, la forme géométrique de la chambre du four, ainsi que la puissance du générateur déterminent le degré de couplage possible. Ces facteurs sont déterminés par le fabricant de l'appareillage.

C.4.5 La température atteinte pendant la combustion dépend en partie des facteurs indiqués en C.4.4 mais aussi des caractéristiques du métal dans le creuset, de la forme de la prise d'essai et de sa masse. Certains de ces facteurs peuvent varier, dans une certaine mesure, au gré de l'opérateur.

C.5 Collecteur de poussières, permettant de recueillir la poussière d'oxydes métalliques présente dans le courant d'oxygène venant du four.

C.6 Analyseur de gaz à l'infrarouge

C.6.1 Dans la plupart des appareils, les produits gazeux de combustion sont transportés dans l'analyseur par entraînement dans un flux continu d'oxygène. Les gaz passent dans une cellule à infrarouge, par exemple du type Luft, où l'on mesure l'absorption du rayonnement infrarouge dû au dioxyde de soufre; on intègre ensuite la donnée sur une période de temps programmée à l'avance. L'amplification du signal et sa conversion avec l'affichage numérique permettent d'obtenir la concentration de soufre en pourcentage.

C.6.2 Dans certains analyseurs, les produits de combustion peuvent être entraînés dans l'oxygène sous un volume fixé et à une pression déterminée. On analyse ensuite le mélange pour doser le dioxyde de soufre.

C.6.3 Des commandes électroniques permettent généralement de régler le zéro de l'instrument, de compenser la valeur de l'essai à blanc, d'ajuster la pente de la courbe d'étalonnage et de corriger les réponses non linéaires.

L'analyseur a la possibilité habituellement de tenir compte de la masse de l'échantillon de référence ou de la prise d'essai et de corriger automatiquement la lecture. Certains appareils peuvent également être équipés d'une balance automatique intégrée pour tarer le creuset, peser la prise d'essai et transférer la valeur de la masse correspondante dans le calculateur.