



Nickel, ferro-nickel et alliages de nickel — Dosage du carbone — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

Nickel, ferronickel and nickel alloys — Determination of carbon content — Infra-red absorption method after induction furnace combustion

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1985-12-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 7524:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985>

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 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 7524 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

ISO 7524:1985

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.

Nickel, ferro-nickel et alliages de nickel — Dosage du carbone — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion, pour le dosage du carbone à des teneurs comprises entre 0,001 et 2,0 % (*m/m*) dans le nickel et le ferro-nickel et à des teneurs comprises entre 0,001 et 0,5 % (*m/m*) dans les alliages de nickel. Des exemples de composition sont donnés dans l'annexe A.

2 Référence

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité 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 à haute fréquence en présence de fondants et d'accélérateurs.

Mesure du dioxyde de carbone ainsi formé dans un analyseur à l'infrarouge par une méthode d'intégration.

4 Réactifs et matériaux

4.1 Oxygène (O_2), 99,5 % (*m/m*) minimum.

4.2 Chaux sodée, de granulométrie 0,7 à 1,2 mm (14 à 22 mesh).

4.3 Perchlorate de magnésium [$Mg(ClO_4)_2$], de granulométrie 0,7 à 1,2 mm (14 à 22 mesh).

4.4 Laine de verre.

4.5 Creusets et couvercles.

4.5.1 Les creusets en céramique doivent être de dimensions précises pour permettre de placer l'échantillon en position correcte dans la bobine d'induction du four (voir 9.1).

4.5.2 Lorsque la teneur en carbone est inférieure à 0,01 % (*m/m*), calciner les creusets au préalable dans un four à air ou à

oxygène, porté à 1 100 °C pendant au moins 1 h, et les conserver ensuite dans un dessiccateur ou un récipient clos. On peut également utiliser un four à résistance à tube de combustion où passe le courant d'oxygène. Les couvercles des creusets utilisés pour retenir les produits solides d'oxydation dans la zone chaude doivent être précalcinés de la même manière.

4.6 Fondants: Étain à basse teneur en carbone, cuivre plus étain ou cuivre (voir 9.2).

4.7 Accélérateurs: Cuivre à basse teneur en carbone, fer, tungstène ou nickel (voir 9.2).

4.8 Aciers de référence normalisés, à teneur en carbone comprise entre 0,01 et 2,5 % (*m/m*).

5 Appareillage

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 carbone ainsi formé peut être vendu dans le commerce par un certain nombre de fabricants. On suivra pour les instructions d'emploi les directives du fabricant. Un limiteur de pression est nécessaire pour contrôler l'arrivée de l'oxygène dans le four à une pression correspondant aux spécifications du fabricant (en règle générale 28 kN/m²). Les caractéristiques des appareils trouvés dans le commerce sont données dans l'annexe B.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 L'échantillonnage et la préparation des échantillons pour laboratoire doivent se faire par des méthodes agréées par les deux parties ou, en cas de litige, selon les règles de la Norme internationale appropriée.

6.2 L'échantillon pour laboratoire se présente généralement sous la forme de poudre, de granules, de copeaux de fraisage ou de perçage, et aucune préparation ultérieure n'est nécessaire.

6.3 Si l'on pense que l'échantillon pour laboratoire a pu être pollué par de l'huile ou de la graisse au cours du fraisage ou du perçage, on doit le nettoyer par lavage dans de l'acétone à haute pureté, suivi d'un séchage à l'air.

6.4 Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles différentes, la prise d'essai peut être obtenue par une méthode de division au diviseur à lames.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les risques engendrés par la combustion sont généralement des risques de brûlures pendant la calcination préalable des creusets en céramique et pendant les fusions. Utiliser toujours des pinces pour saisir les creusets et enfermer les creusets utilisés dans des récipients appropriés. La manipulation des bouteilles à oxygène doit se faire avec les précautions d'usage. L'oxygène véhiculé en cours de combustion doit être éliminé efficacement de l'appareillage, car une concentration élevée d'oxygène dans un espace confiné engendre des risques d'incendie.

7.1 Stabilisation de l'appareillage

7.1.1 Pour stabiliser l'appareillage et le mettre en condition, procéder d'abord à la combustion de plusieurs échantillons similaires à celui qui est à analyser (7.4) en utilisant les fondants et accélérateurs appropriés.

NOTE — Il n'est pas nécessaire d'utiliser des creusets précalcinés.

7.1.2 Faire passer le courant d'oxygène plusieurs fois dans l'appareil avant de régler le zéro.

7.2 Essai à blanc et réglage du zéro

7.2.1 Remplir un creuset précalciné (4.5) de la quantité de fondant et d'accélérateur nécessaire pour le dosage (7.4).

7.2.2 Placer le creuset et son contenu sur leur support dans le four, monter le tout en position de combustion et verrouiller le système. Faire fonctionner le four suivant les instructions du fabricant. Voir 9.3 et annexe B.

NOTES

- 1 Les valeurs relevées correspondent à l'essai à blanc avec uniquement le creuset, le fondant et l'accélérateur.
- 2 L'essai à blanc ne doit pas donner une teneur en carbone excédant 0,001 % (m/m).
- 3 Si la valeur de l'essai à blanc est anormalement élevée, chercher puis éliminer la source de pollution.

7.2.3 Régler l'instrument à l'aide de la commande de réglage du zéro ou, sur certains appareils, à l'aide de la commande de compensation de l'essai à blanc.

7.2.4 Répéter les opérations 7.2.1 à 7.2.3 pour obtenir un relevé reproductible dans les limites de fidélité de l'appareil.

NOTE — On peut en variante enregistrer le résultat de l'essai à blanc et procéder à la correction nécessaire avec la courbe d'étalonnage.

7.3 Étalonnage

7.3.1 Choisir une série d'échantillons de référence normalisés certifiés d'acier (4.8).

7.3.2 Peser une quantité appropriée (généralement 1,00 g) de l'acier de référence normalisé (4.8) dans un creuset précalciné. Cette quantité représente le haut de gamme d'étalonnage. Ajouter les quantités définies à l'avance de fondant et d'accélérateur et effectuer la combustion de la manière indiquée en 7.2.2. Noter ce qu'indique l'appareil.

7.3.3 Ajuster l'indication de l'appareil sur le niveau correct de carbone dans l'acier de référence normalisé, conformément aux instructions du fabricant.

7.3.4 Répéter les opérations 7.3.2 pour vérifier la répétabilité de l'indication.

7.3.5 Répéter les opérations 7.3.2 avec un acier de référence normalisé, à plus basse teneur en carbone pour obtenir une vérification de l'étalonnage sur toute l'étendue requise. Ajuster la commande de linéarité, si elle existe, conformément aux instructions d'emploi.

NOTES

- 1 Il est souvent pratique et plus rigoureux pour cette vérification de procéder par fractions de masse des aciers de référence normalisés à haute teneur en carbone plutôt que de choisir plusieurs échantillons à basse teneur en carbone.
- 2 Beaucoup d'appareils affichent directement la teneur en carbone en pourcentage en masse; on peut néanmoins établir une courbe d'étalonnage.

7.4 Dosage

7.4.1 Peser, à 0,001 g près, 0,9 à 1,1 g d'échantillon pour essai et les transférer dans un creuset précalciné (4.5) contenant une quantité convenable du fondant préféré (4.6). Ajouter si nécessaire la quantité appropriée d'accélérateur (4.7). L'ajout de fondant et d'accélérateur est fonction des caractéristiques propres de l'appareil et du type de matériau à doser. Pour 1,0 g d'échantillon, on ajoute en règle générale 2 g de cuivre, 2 à 3 g de tungstène ou 1 g de cuivre plus 1 g de fer. Placer le couvercle du creuset en position.

7.4.2 Placer le creuset et son contenu sur leur support dans le four. Monter le tout en position de combustion, verrouiller le système et mettre le four en marche suivant les instructions du fabricant. Voir 9.3 et annexe B.

7.4.3 Enregistrer le relevé de l'appareil et répéter le dosage.

NOTES

- 1 Il est important de maintenir une température élevée après fusion de l'échantillon pour garantir le complet transfert du dioxyde de carbone du four vers l'analyseur à l'infrarouge.
- 2 Une combustion calme est nécessaire pour éviter les projections sur le couvercle du creuset, qui retirent de la masse fondue de la zone de chauffage par induction.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

8.1.1 Si l'appareil est étalonné pour afficher directement la teneur en carbone en pourcentage en masse, avec compensation automatique de la masse de la prise d'essai, faire la moyenne de deux relevés et indiquer le résultat.

8.1.2 Si l'appareil a été étalonné à l'aide d'une prise d'essai de 1,00 g et ne compense pas automatiquement la masse, diviser chaque relevé par la masse correspondante, en grammes, de la prise d'essai. Faire la moyenne de deux dosages et indiquer le résultat.

8.1.3 Avec certains appareils, il est nécessaire d'établir une courbe d'étalonnage en fonction de la masse, en microgrammes, de carbone. Lire sur la courbe la masse, en microgrammes, de carbone dans la prise d'essai, corriger pour tenir compte de l'essai à blanc et de la masse de la prise d'essai. Faire la moyenne de deux dosages et indiquer le résultat.

8.2 Fidélité

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale a été soumise à un programme d'essais interlaboratoires mettant en jeu huit laboratoires de cinq pays différents. Cinq échantillons ont été analysés en double sur deux jours différents, suivant le mode opératoire normalisé.

La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées conformément à l'ISO 5725 et ont donné les résultats indiqués dans le tableau 1.

9 Notes sur le mode opératoire et l'appareillage

9.1 Creusets et couvercles

Les creusets destinés à contenir l'échantillon, les ajouts éventuels et la masse fondue résultante doivent être en céramique. Ils doivent être de dimensions précises appropriées au système

et s'adapter au support prévu dans le four pour permettre un positionnement correct de la prise d'essai dans le creuset et dans la bobine d'induction.

Les dimensions normales de creusets de combustion sont les suivantes :

hauteur	25 mm
diamètre extérieur	25 mm
diamètre intérieur	20 mm
épaisseur de paroi	2,5 mm
épaisseur de fond	8 mm

Les creusets sont précalcinés à 1 100 °C dans un courant d'oxygène pour éliminer le carbone. Le couvercle posé éventuellement sur le creuset sert à retenir les produits solides d'oxydation dans la zone chaude de la bobine d'induction. Ces couvercles sont précalcinés de la même manière que les creusets (voir 4.5.2).

9.2 Fondants et accélérateurs

9.2.1 L'addition de fondant a pour effet, en liant les petites particules d'échantillon, de rendre le couplage avec le four plus efficace et de fluidifier la masse fondue. On considère comme fondants satisfaisants l'étain, le cuivre allié à l'étain, le cuivre et le tungstène.

9.2.2 Le cuivre, le fer, le tungstène et le nickel sont des accélérateurs courants. On ajoute un accélérateur pour plusieurs raisons et notamment :

- a) pour assurer un bon couplage lors du chauffage par induction lorsque l'échantillon ne possède pas de qualités très satisfaisantes à cet égard, par exemple, échantillon finement divisé ou matériau de composition complexe ;
- b) pour servir de combustible chimique augmentant la température de combustion ;
- c) pour augmenter la masse de matière dans le creuset sans augmenter la masse de la prise d'essai si celle-ci doit être faible.

Tout fondant ou accélérateur doit avoir une basse teneur en carbone et servir pour l'étalonnage. La valeur totale de l'essai à blanc regroupant toutes les sources (oxygène, réfractaires,

Tableau 1 — Résultats de l'analyse statistique

Métal ou alliage	Moyenne de la teneur en carbone [% (m/m)]	Écart-type intralaboratoire, s_w	Écart-type interlaboratoire, s_b	Répétabilité, r	Reproductibilité, R
Ferro-nickel					
A22	0,014	0,000 6	0,000 6	0,001 7	0,002 4
B31	0,061	0,001 6	0,000 1	0,004 5	0,004 6
A28	1,84	0,012	0,068	0,033	0,19
Nickel					
S65	0,025	0,000 6	0,000 3	0,001 8	0,002 0
Alliage de nickel					
02 (A*)	0,010	0,000 7	0,001 2	0,002 1	0,004 1
13 (G*)	0,223	0,001 4	0,004 3	0,004 1	0,012
49 (C*)	0,093	0,000 7	0,001 0	0,001 8	0,003 3

* Se réfère au type d'alliage du tableau 4.

fondant et accélérateur) ne doit pas dépasser une teneur en carbone de 0,001 % (*m/m*).

NOTE — Certains matériaux agissent à la fois comme fondants et comme accélérateurs.

9.3 Caractéristiques et fonctionnement général des fours à induction haute fréquence

9.3.1 Les caractéristiques des appareils vendus dans le commerce figurent dans l'annexe B.

9.3.2 Purifier l'alimentation en oxygène en utilisant des tubes garnis de chaux sodée (4.2) et de perchlorate de magnésium (4.3). Maintenir le débit à environ 0,5 l/min au repos.

9.3.3 Placer un filtre en laine de verre entre la chambre du four et l'analyseur et le changer aussi souvent qu'il est nécessaire. La chambre du four, le support du creuset et le piège filtrant doivent être nettoyés souvent pour éliminer les résidus d'oxydes.

9.3.4 Le fabricant peut recommander un réglage de l'unité de programmation donnant une période de préchauffage avant l'envoi du courant d'oxygène dans le four. La prise d'essai doit être chauffée au rouge pendant cette période. Au moment où l'oxygène est introduit pour la combustion proprement dite, la température croît de façon substantielle.

9.3.5 La température atteinte au cours de la combustion dépend du four, ainsi que du type et de la quantité de métal dans le creuset. Maintenir une température élevée ($> 1700\text{ }^{\circ}\text{C}$) après la fusion de la prise d'essai, de manière à assurer un transfert total du dioxyde de carbone du four vers l'analyseur à l'infrarouge.

9.3.6 Le débit d'oxygène peut varier d'un appareil à l'autre, mais il est généralement de 2,0 l/min durant la période de combustion.

9.3.7 Lorsque l'appareil n'a pas marché pendant quelques heures ou après nettoyage de la chambre du four ou des filtres, stabiliser l'ensemble de la manière indiquée en 7.1.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode utilisée ;
- b) les résultats de l'analyse ;
- c) le nombre d'essais répétés différents ;
- d) les phénomènes inhabituels notés pendant l'analyse ;
- e) toute opération non comprise dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

ISO 7524:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985>

Annexe A

Exemples de composition de nickel, ferro-nickel et alliages de nickel

(La présente annexe ne fait pas partie intégrante de la Norme.)

Les exemples de composition figurant aux tableaux 2, 3 et 4 ne doivent pas être interprétés comme des spécifications de composition chimique.

Tableau 2 — Exemples de composition de nickel (%)

Ni + Co	Co (max.)	C (max.)	Cu (max.)	Fe (max.)	S (max.)
99,95	0,1	0,015	0,005	0,02	0,002 5
99,9	0,5	0,03	0,03	0,03	0,03
99,0	1,5	0,15	0,2	0,4	0,01

Tableau 3 — Exemples de composition de ferro-nickel (%)

Type	Ni	C	Cr (max.)	Cu (max.)	Fe	S (max.)	Si (max.)
LC	15 60	0,005 0,03	0,10	0,20	Le reste	0,03	0,20
MC	15 60	0,03 1,0	0,5	0,20	Le reste	0,10	1,0
HC	15 60	1,0 2,5	2,0	0,20	Le reste	0,40	4,0

NOTE — Co est généralement 1/40 à 1/20 de Ni.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985>

Tableau 4 — Exemples de composition d'alliages de nickel (%) ¹⁾

Alliage ²⁾	Al	B	C	Co ³⁾	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	Ni	P	S	Si	Ti	Autres
A	—	—	0,30	—	—	28,0 34,0	2,5	2,0	—	63,0 ⁴⁾	—	0,025	0,5	—	—
B	—	—	0,15	—	14,0 17,0	0,5	6,0 10,0	1,0	—	72,0 ⁴⁾	—	0,015	0,5	—	—
C	0,4 1,0	—	0,08	—	14,0 17,0	0,5	5,0 9,0	1,0	—	70,0 ⁴⁾	—	0,015	0,5	2,2 2,8	Nb plus Ta 0,7 à 1,2
D	0,2 0,8	0,006	0,08	—	17,0 21,0	0,3	Le reste	0,4	2,8 3,3	50,0 55,0	0,015	0,015	0,4	0,6 1,2	Nb plus Ta 4,7 à 5,5
E	0,15 0,60	—	0,10	—	19,0 23,0	0,7	Le reste	1,5	—	30,0 35,0	—	0,015	1,0	0,15 0,60	—
F	—	—	0,08 0,15	5,0	18,0 21,0	0,5	5,0	1,0	—	Le reste ⁴⁾	—	0,020	1,0	0,2 0,6	Pb 0,005
G	1,0 2,0	0,020	0,13	15,0 21,0	18,0 21,0	0,2	1,5	1,0	—	Le reste	—	0,015	1,0	2,0 3,0	Zr 0,15
H	4,5 4,9	0,003 0,010	0,12 0,17	18,0 22,0	14,0 15,7	0,2	1,0	1,0	4,5 5,5	Le reste	—	0,015	1,0	0,9 1,5	Zr 0,15
I	0,3 0,6	0,005	0,04 0,08	19,0 21,0	19,0 21,0	0,2	0,7	0,6	5,6 6,1	Le reste	—	0,007	0,4	1,9 2,4	Ti plus Al 2,4 à 2,8
J	—	—	0,02	1,0	1,0	—	2,0	1,0	26,0 30,0	Le reste ⁴⁾	0,040	0,035	0,1	—	—
K	1,2 1,6	0,003 0,010	0,02 0,10	12,0 15,0	18,0 21,0	0,1	2,0	1,0	3,5 5,0	Le reste	0,015	0,015	0,1	2,8 3,3	Zr 0,02 à 0,08
L	—	—	0,02	2,5	14,5 16,5	—	4,0 7,0	1,0	15,0 17,0	Le reste	0,040	0,035	0,08	—	V 0,35 W 3,0 à 4,5

1) Les valeurs individuelles sont des limites maximales, sauf pour le nickel où ce sont des minimums.

2) On a utilisé des lettres pour les alliages au lieu des appellations commerciales, en attendant la normalisation d'une désignation ISO neutre.

3) Lorsqu'aucune limite n'est fixée, la teneur maximale en cobalt est de 1,5 % (m/m).

4) Le cobalt compte dans certains alliages comme du nickel.

Annexe B

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

(La présente annexe ne fait pas partie intégrante de la Norme.)

B.1 Four de combustion

B.1.1 Le four de combustion se compose d'une bobine d'induction et d'un générateur de hautes fréquences. La chambre du four est un tube en silice qui s'adapte à l'intérieur de la bobine. 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.

B.1.2 Le générateur fait habituellement de 1,5 à 2,5 kV·A, mais la fréquence utilisée par les fabricants peut varier. On trouve des valeurs de 2 à 6; 15 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.

B.1.3 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.

B.1.4 Le diamètre de la bobine d'induction, le nombre d'enroulements, la forme géométrique de la chambre du four, ainsi que la puissance du générateur déterminent le degré de couplage possible. Ces facteurs sont décidés par le fabricant de l'appareil.

B.1.5 La température atteinte au cours de la combustion dépend en partie des facteurs indiqués en B.1.4, mais aussi des caractéristiques du métal dans le creuset, de la forme de la prise d'essai et de la masse du métal. Certains de ces facteurs peuvent varier légèrement au gré de l'opérateur.

[ISO 7524:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/15983c0b-6c9b-4cc6-a29e-7c0ccf456c0a/iso-7524-1985>

B.2 Analyseur de gaz à l'infrarouge

B.2.1 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 s'écoulent à travers une cellule à infrarouge, par exemple, du type Luft, où l'on mesure l'absorbance du rayonnement infrarouge due au dioxyde de carbone; on intègre ensuite la donnée sur une période de temps programmée à l'avance. L'amplification du signal et sa conversion avec affichage numérique permettent d'obtenir la concentration de carbone en pourcentage.

B.2.2 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 carbone.

B.2.3 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 possède habituellement un moyen pour tenir compte de la masse de l'échantillon de référence ou de la prise d'essai et corriger automatiquement le relevé. Certains appareils peuvent également être équipés d'une balance automatique intégrée pour tarer le creuset, peser la prise d'essai et transférer la masse correspondante dans l'analyseur.