

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9556

Première édition
1989-07-15

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

iTeh STANDARD PREVIEW

*Steel and iron — Determination of total carbon content — Infrared absorption
method after combustion in an induction furnace*
(standards.iteh.ai)

ISO 9556:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38a9d685-81f7-4608-a54e-70cccd53104d/iso-9556-1989>



Numéro de référence
ISO 9556 : 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.

La Norme internationale ISO 9556 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38a9d685-81f7-4608-a54e-70cecd53104d/iso-9556-1989>

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

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du carbone total 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 carbone comprises entre 0,003 % (*m/m*) et 4,5 % (*m/m*).

2 Références normatives

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 cette 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 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 d'accélérateurs. Transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou monoxyde de carbone.

Mesure de l'absorption du dioxyde de carbone et/ou monoxyde de carbone dans l'infrarouge dans un courant d'oxygène.

4 Réactifs

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 Eau, exempte de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau pendant 30 min, refroidir à température ambiante et faire barboter de l'oxygène (4.2) pendant 15 min. Préparer juste avant l'emploi.

4.2 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.

4.3 Fer pur, de teneur en carbone faible connue inférieure à 0,001 0 % (*m/m*).

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

4.5 Perchlorate de magnésium [Mg(ClO₄)₂], de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm.

4.6 Carbonate de baryum

Sécher le carbonate de baryum (titre minimal : 99,5 %) à une température comprise entre 105 °C et 110 °C pendant 3 h et refroidir dans un dessiccateur avant l'emploi.

4.7 Carbonate de sodium

Sécher le carbonate de sodium anhydre (titre minimal : 99,9 %) à 285 °C pendant 2 h et refroidir dans un dessiccateur avant l'emploi.

4.8 Accélérateur, cuivre, mélange tungstène-étain ou tungstène à faible teneur en carbone connue inférieure à 0,001 0 % (*m/m*).

4.9 Saccharose, solution étalon, correspondant à 25 g de C par litre.

Peser, à 1 mg près, 14,843 g de saccharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) (qualité standard d'analyse) préalablement séché à une température comprise entre 100 °C et 105 °C pendant 2,5 h et refroidir dans un dessiccateur.

Mettre en solution dans 100 ml d'eau environ (4.1), transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 25 mg de C.

4.10 Carbonate de sodium, solution étalon, correspondant à 25 g de C par litre.

Peser, à 1 mg près, 55,152 g de carbonate de sodium (4.7), mettre en solution dans 200 ml d'eau environ (4.1), transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 25 mg de C.

4.11 Céramique inerte (attapulгите) 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 du matériel courant de laboratoire.

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou 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 carbone et/ou du monoxyde de carbone peut être commercialisé par un certain nombre de fabricants. On suivra pour les instructions d'emploi les directives du fabricant.

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

5.1 Micropipettes, de 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 0,4 ml environ, à faible teneur en carbone connue inférieure à 0,001 0 % (*m/m*).

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 conserver dans un dessiccateur avant l'emploi.

NOTE — Pour doser les faibles teneurs en carbone, 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 pré-calcination 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 normales pour manipuler les bouteilles à oxygène. L'oxygène utilisé doit être éliminé efficacement, car une concentration élevée d'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'attapulгите imprégnée d'hydroxyde de sodium (4.11) et l'autre de perchlorate de magnésium (4.5), et maintenir un débit suffisant entre deux analyses. Maintenir propre 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 le matériel 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 carbone, régler comme suit les lectures de l'appareil sur chaque plage d'étalonnage :

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

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

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

7.2 Prise d'essai

Dégraissier les échantillons pour essai par lavage dans un solvant convenable (4.4). Évaporer en chauffant pour éliminer les dernières traces de liquide de lavage.

Peser, à 1 mg près, un échantillon pour essai de 1 g environ pour les teneurs en carbone inférieures à 1,0 % (m/m) et de 0,5 g environ pour les teneurs en carbone supérieures ou égales à 1,0 % (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 :

Placer la capsule en étain (5.2) (voir note 1) dans le creuset en céramique (5.3). Presser légèrement la capsule contre le fond du creuset. Ajouter la même quantité de fer pur (4.3) et d'accélérateur (4.8) (voir note 2) que pour la prise d'essai.

Traiter le creuset et son contenu de la manière spécifiée aux deuxième et troisième alinéas de 7.4.

Relever la lecture de chaque essai à blanc et convertir ces valeurs en milligrammes de carbone à l'aide de la courbe d'étalement (7.5).

La valeur de l'essai à blanc s'obtient par soustraction de la masse de carbone présente dans le fer pur (4.3) utilisé, de la masse de carbone dosé dans l'essai à blanc.

La valeur moyenne de l'essai à blanc (\bar{m}_1) se calcule d'après les deux valeurs de l'essai déterminé ci-dessus (voir note 3).

NOTES

1 Dans le cas des gammes d'étalement 7.5.1 ou 7.5.2, utiliser la capsule préparée comme suit.

Préparer la capsule en étain; à l'aide de la micropipette (5.1), transvaser 100 μ l d'eau (4.1) dans la capsule en étain (5.2) et sécher à 90 °C pendant 2 h.

2 La quantité d'accélérateur dépend des caractéristiques individuelles de l'appareil et du type de matériau analysé. La quantité utilisée doit être suffisante pour la combustion complète.

3 La valeur moyenne de l'essai à blanc et la différence entre les deux valeurs des essais à blanc ne doivent pas dépasser chacune 0,01 mg de carbone. Si ces valeurs sont anormalement élevées, rechercher la source de pollution et l'éliminer.

7.4 Dosage

Transférer une capsule en étain (5.2) dans un creuset en céramique (5.3), presser la capsule en étain légèrement contre le fond du creuset, ajouter la prise d'essai (7.2) et recouvrir de la masse appropriée d'accélérateur (4.8) (voir note 2 en 7.3).

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 noter l'indication donnée par l'analyseur.

7.5 Établissement de la courbe d'étalement

7.5.1 Échantillons ayant une teneur en carbone comprise entre 0,003 % (m/m) et 0,01 % (m/m)

7.5.1.1 Préparation de la gamme d'étalement

Transvaser les volumes de la solution étalon de saccharose (4.9) ou de la solution étalon de carbonate de sodium (4.10) indiqués au tableau 1, dans chacune des cinq fioles jaugées de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

À l'aide de la micropipette (5.1), transvaser 100 μ l de chaque solution diluée dans cinq capsules en étain (5.2) et sécher à 90 °C pendant 2 h.

Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

Tableau 1

Volume de la solution étalon [(4.9) ou (4.10)] ml	Masse de carbone dans la solution diluée, par millilitre mg	Masse de carbone prise dans chaque capsule en étain mg	Teneur en carbone dans une prise d'essai % (m/m)
0 [*])	0	0	0
1,0	0,10	0,010	0,001
2,0	0,20	0,020	0,002
5,0	0,50	0,050	0,005
10,0	1,00	0,100	0,010

^{*}) Terme zéro

7.5.1.2 Mesurages

Transvaser la capsule en étain contenant le saccharose ou le carbonate de sodium dans un creuset en céramique (5.3), presser légèrement la capsule en étain contre le fond du creuset en céramique, ajouter 1,000 g de fer pur (4.3) et recouvrir de la même quantité d'accélérateur (4.8) (voir note 2 en 7.3) que pour la prise d'essai.

Traiter le creuset et son contenu de la manière spécifiée aux deuxième et troisième alinéas de 7.4.

7.5.1.3 Tracé de la courbe d'étalement

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

Préparer une courbe d'étalement en portant cette valeur nette en fonction de la teneur en carbone en milligrammes, pour chaque solution de la gamme d'étalement.

7.5.2 Échantillons ayant une teneur en carbone comprise entre 0,01 % (m/m) et 0,1 % (m/m)

7.5.2.1 Préparation de la gamme d'étalement

Transvaser les volumes de la solution étalon de saccharose (4.9) ou de la solution étalon de carbonate de sodium (4.10) indiqués au tableau 2 dans chacune des cinq fioles jaugées de 50 ml. Compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

À l'aide de la micropipette (5.1), transvaser 100 μ l de chaque solution diluée dans cinq capsules en étain (5.2) et sécher à 90 °C pendant 2 h.

Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

Tableau 2

Volume de la solution étalon [(4.9) ou (4.10)] ml	Masse de carbone dans la solution diluée, par millilitre mg	Masse de carbone prise dans chaque capsule en étain mg	Teneur en carbone dans une prise d'essai % (m/m)
0*)	0	0	0
2,0	1,0	0,10	0,010
4,0	2,0	0,20	0,020
10,0	5,0	0,50	0,050
20,0	10,0	1,00	0,100

*) Terme zéro

7.5.2.2 Mesurages

Traiter de la manière spécifiée en 7.5.1.2.

7.5.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Traiter de la manière spécifiée en 7.5.1.3.

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

7.5.3.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

Peser, à 0,1 mg près, les masses de carbonate de baryum (4.6) ou de carbonate de sodium (4.7) indiquées au tableau 3, et transvaser dans chacune des cinq capsules en étain (5.2).

Tableau 3

Masse de matériau de référence mg		Masse de carbone prise dans une capsule en étain mg	Teneur en carbone dans une prise d'essai % (m/m)
Carbonate de baryum (4.6)	Carbonate de sodium (4.7)		
0*)	0*)	0	0
16,4	8,8	1,0	0,10
32,9	17,7	2,0	0,20
82,1	44,1	5,0	0,50
164,3	88,2	10,0	1,00

*) Terme zéro

7.5.3.2 Mesurages

Transvaser la capsule en étain contenant le carbonate de baryum ou le carbonate de sodium dans le creuset en céramique (5.3), presser la capsule en étain légèrement contre le fond

du creuset en céramique, ajouter 1,000 g de fer pur (4.3) et recouvrir de la même quantité d'accélérateur (4.8) (voir note 2 en 7.3) que pour la prise d'essai.

Traiter le creuset et son contenu de la manière spécifiée aux deuxième et troisième alinéas de 7.4.

7.5.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Traiter de la manière spécifiée en 7.5.1.3.

7.5.4 Échantillons ayant une teneur en carbone comprise entre 1,0 % (m/m) et 4,5 % (m/m)

7.5.4.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

Peser, à 0,1 mg près, les masses de carbonate de baryum (4.6) ou de carbonate de sodium (4.7) indiquées au tableau 4, et transvaser dans chacune des cinq capsules en étain (5.2).

NOTE — Dans le cas où le carbonate de baryum pesé ne peut pas être transvasé dans une capsule en étain, il peut être placé directement au fond du creuset en céramique.

Tableau 4

Masse de matériau de référence mg		Masse de carbone prise dans une capsule en étain mg	Teneur en carbone dans une prise d'essai % (m/m)
Carbonate de baryum (4.6)	Carbonate de sodium (4.7)		
0*)	0*)	0	0
82,1	44,1	5,0	1,0
164,3	88,2	10,0	2,0
246,4	132,3	15,0	3,0
369,7	198,6	22,5	4,5

*) Terme zéro

7.5.4.2 Mesurages

Transvaser la capsule en étain contenant le carbonate de baryum ou le carbonate de sodium dans le creuset en céramique (5.3), presser la capsule en étain légèrement contre le fond du creuset en céramique, ajouter 0,500 g de fer pur (4.3) et recouvrir de la même quantité d'accélérateur (4.8) (voir note 2 en 7.3) que pour la prise d'essai.

Traiter le creuset et son contenu de la manière spécifiée aux deuxième et troisième alinéas de 7.4.

7.5.4.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Traiter de la manière spécifiée 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 carbone (m_0) à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5).

La teneur en carbone, w_c (%), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

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

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

où

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

\bar{m}_1 est la masse, exprimée en milligrammes de carbone 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 12 niveaux de teneur en carbone, chaque laboratoire ayant fait trois dosages du carbone à chaque niveau (voir notes 1 et 2).

Les échantillons pour essai utilisés et les résultats moyens obtenus, sont mentionnés au 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 carbone, la répétabilité (r) et les reproductibilités (R et R_w) des résultats d'essai (voir note 3), comme indiqué dans le tableau 5. La représentation graphique est donnée dans l'annexe B.

Tableau 5

Niveau de carbone % (m/m)	Répétabilité r	Reproductibilité	
		R	R_w
0,003	0,000 53	0,001 19	0,000 77
0,005	0,000 69	0,001 60	0,001 02
0,01	0,000 99	0,002 40	0,001 50
0,02	0,001 42	0,003 59	0,002 20
0,05	0,002 29	0,006 12	0,003 65
0,1	0,003 29	0,009 17	0,005 36
0,2	0,004 72	0,013 7	0,007 85
0,5	0,007 62	0,023 4	0,013 0
1,0	0,011 0	0,035 1	0,019 1
2,0	0,015 7	0,052 6	0,028 0
4,5	0,024 0	0,084 4	0,043 8

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 (à 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 spécifiée dans l'ISO 5725. La reproductibilité intralaboratoire (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 :

- tous les renseignements nécessaires à l'identification des échantillons, les laboratoires et les dates de l'analyse;
- la méthode utilisée par référence à la présente Norme internationale;
- les résultats et leur mode d'expression;
- toute anomalie observée pendant le dosage;
- toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, ou toute opération facultative pouvant avoir influé sur les résultats.

Annexe A (informative)

Informations complémentaires sur les essais coopératifs internationaux

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

Les résultats des essais figurent dans le document 17/1 N 668 d'avril 1986. La représentation graphique des données de fidélité est indiquée dans l'annexe B.

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

Tableau A.1

Échantillon		Teneur en carbone % (m/m)		
		Certifiée	Trouvée	
			\bar{w}_1	\bar{w}_2
EURO B 097-1	Fer haute pureté	≤ 0,002	0,001 4	0,001 3
JSS 001-2	Fer haute pureté	0,004 7	0,004 5	0,004 4
NBS SRM 365	Fer électrolytique	0,006 8	0,007 5	0,007 5
BCS 431/1	Acier au carbone	0,026	0,025 8	0,025 7
JSS 171-3	Acier doux	0,042	0,041 2	0,040 9
NBS SRM 15g	Acier au carbone	0,094	0,092 8	0,092 6
JSS 030-4	Acier au carbone	0,18	0,183	0,182
EURO F 080-1	Acier au carbone	0,452	0,457	0,456
NBS SRM 14f	Acier au carbone	0,753	0,760	0,760
EURO B 063-1	Acier au carbone	1,26	1,267	1,266
NBS SRM 3d	Fonte blanche	2,54	2,556	2,559
JSS 110-7	Fonte brute	4,12	4,095	4,095

\bar{w}_1 : moyenne générale d'un même jour
 \bar{w}_2 : moyenne générale inter-jours

Annexe B (informative)

Représentation graphique des données de fidélité

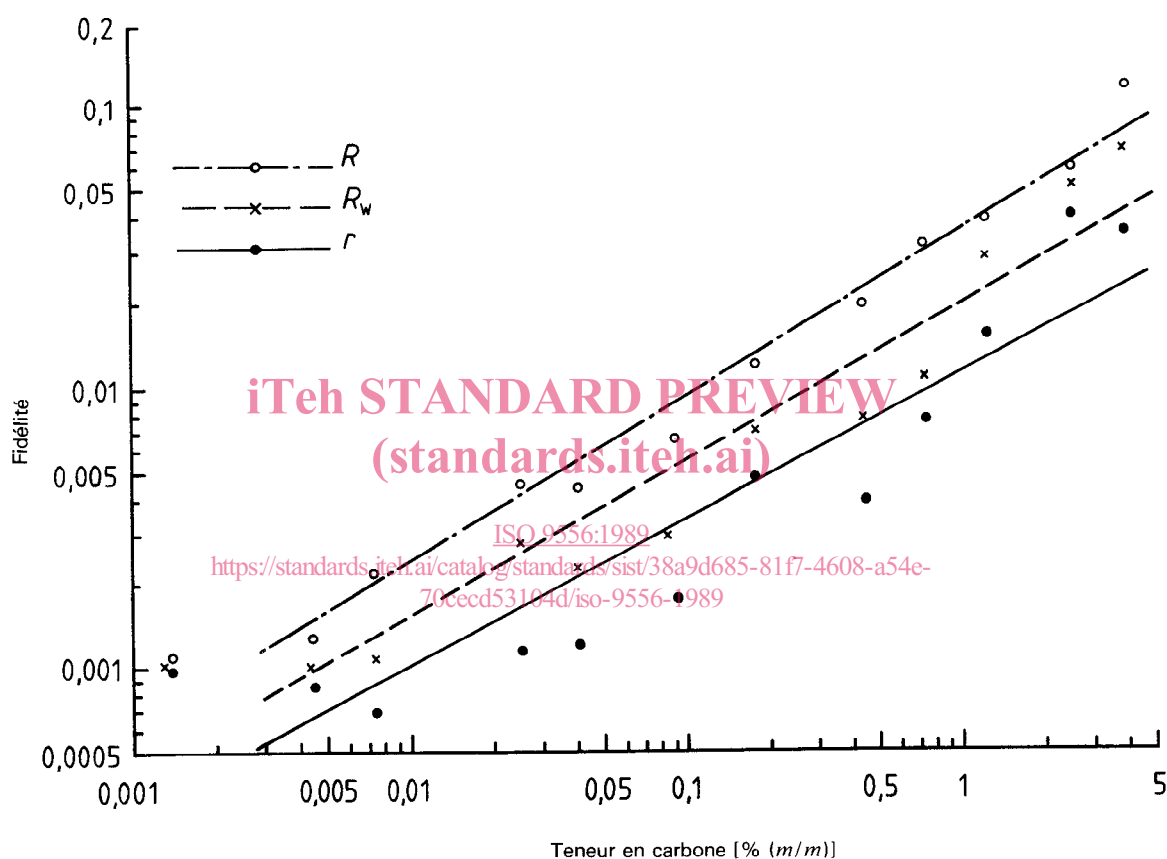


Figure B.1 — Relation logarithmique entre la teneur en carbone [% (m/m)] et la répétabilité (r), ou les reproductibilités (R et R_w)