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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13902:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37c9275c-93eb-4e74-99a4-2b105c125a2a/iso-13902-1997>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13902 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

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

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13902:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37c9275c-93eb-4e74-99a4-2b105c125a2a/iso-13902-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isoc; s=central

Imprimé en Suisse

Aciers et fontes — Dosage du soufre en fortes teneurs — 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 fontes par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.

La méthode est applicable aux teneurs en soufre comprises entre 0,10 % (*m/m*) et 0,35 % (*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 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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

3 Principe

Combustion à haute température d'une prise d'essai en présence d'accélérateur, dans un four à induction à haute fréquence sous courant d'oxygène pur.

Transformation du soufre en dioxyde de soufre.

Mesurage par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de soufre sous courant d'oxygène (employé comme gaz vecteur).

4 Réactifs et matériaux

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Oxygène, 99,5 % (*m/m*) minimum.

Si la présence de polluants organiques est soupçonnée dans l'oxygène, un tube contenant un catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine par exemple] chauffé à une température supérieure à 450 °C doit être placé avant l'unité de purification (voir l'annexe A).

4.2 Fer pur, à faible teneur en soufre inférieure à 0,000 5 % (*m/m*), connue ou déterminée selon 7.4.

4.3 **Solvant convenable**, approprié au lavage des échantillons souillés de graisse ou sales, par exemple acétone.

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

4.5 Accélérateur, tungstène exempt de soufre ou à teneur connue en soufre inférieure à 0,000 5 % (*m/m*).

NOTE 1 La granulométrie de l'accélérateur peut dépendre du type d'appareillage employé.

4.6 Sulfate de baryum anhydre, de pureté minimale 99,5 % (*m/m*), séché à une température comprise entre 105 °C et 110 °C pendant 3 h, et refroidi dans un dessiccateur avant l'emploi.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement du matériel courant de laboratoire.

L'appareillage nécessaire à la combustion dans un four à induction à haute fréquence et au mesurage consécutif par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de soufre dégagé, peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants. Suivre les recommandations de ces derniers lors de l'utilisation de l'appareillage.

Les caractéristiques des instruments du commerce sont donnés en annexe A.

5.1 Microbalance, précise à 0,001 mg près.

5.2 Creuset en céramique, résistant à la combustion dans un four à induction.

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

5.3 Filtre en fibre de verre, découpé aux dimensions du creuset et calciné à 450 °C pendant 12 h.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

L'échantillonnage et la préparation des échantillons doivent être effectués conformément à l'ISO 14284. L'échantillon pour analyse doit être homogénéisé avant la pesée de la prise d'essai. Les échantillons sous forme de poudre peuvent être homogénéisés par agitation (voir l'article 9).

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 de la fusion. Employer toujours des pinces à creusets et des récipients appropriés pour les creusets usagés. Observer les précautions normales relatives à la manipulation des bouteilles à oxygène. L'oxygène utilisé lors de la combustion doit être éliminé efficacement de l'appareillage, car une concentration élevée d'oxygène dans un espace confiné peut engendrer des risques d'incendie.

7.1 Conditionnement de l'appareillage

Purifier l'alimentation en oxygène en utilisant des tubes garnis de céramique inerte (attapulгите) imprégnée d'hydroxyde de sodium (4.7) et de perchlorate de magnésium (4.4), et maintenir un débit suffisant entre deux analyses. Maintenir en état de propreté un filtre en laine de verre ou une grille d'acier inoxydable, qui sera utilisé(e) comme collecteur de poussières. Nettoyer et changer ce dernier chaque fois que nécessaire. Nettoyer fréquemment l'enceinte du four, la colonne support et le piège du filtre, afin de prévenir les accumulations d'oxyde.

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

Après nettoyage de l'enceinte du four et/ou changement des filtres, ou lorsque l'appareil n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'appareillage en faisant brûler plusieurs échantillons identiques aux échantillons à analyser, 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'appareillage utilisé fournit une lecture directe en pourcentage de soufre, régler comme suit les lectures de l'appareil sur chaque plage d'étalonnage.

Choisir un matériau de référence certifié dont la teneur en soufre est voisine de la teneur maximale en soufre de la gamme d'étalonnage. Mesurer la teneur en soufre du matériau de référence certifié, de la manière indiquée en 7.4.

Ajuster la lecture de l'instrument sur la valeur certifiée.

Cet ajustement doit être effectué avant l'étalonnage, comme spécifié en 7.5. Il ne peut remplacer ou corriger l'étalonnage.

7.2 Prise d'essai

Dégraissier l'échantillon pour essai par lavage dans un solvant convenable (4.3). Évaporer, en chauffant, les dernières traces de solvant.

Peser, à 1 mg près, 0,5 g d'échantillon pour essai (voir l'article 9) et ajouter $0,5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de fer pur (4.2) (voir la note 2).

NOTE 2 La masse de la prise d'essai et de l'accélérateur peuvent varier en fonction du type d'instrument utilisé.

7.3 Essai à blanc

Avant de procéder au dosage, effectuer en double les essais à blanc suivants.

Préparer un creuset en céramique (5.2), placer au fond de celui-ci un filtre en fibre de verre (5.3) à l'aide d'une paire de brucelles. Ajouter 1,000 g de fer pur (4.2) et $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'accélérateur (4.5).

Traiter le creuset et son contenu comme spécifié aux deuxième et troisième alinéas de 7.4.

Noter les valeurs lues pour les essais à blanc et les convertir en milligrammes de soufre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.6).

La valeur moyenne de l'essai à blanc (m_1) est calculée à partir des deux valeurs à blanc (voir la note 3).

NOTE 3 Il est important que la valeur moyenne de l'essai à blanc n'excède pas 0,005 mg de soufre et que la différence entre les deux valeurs d'essai à blanc n'excède pas 0,003 mg de soufre. Si ces valeurs sont anormalement élevées, il convient de rechercher et d'éliminer la source de pollution.

7.4 Teneur en soufre dans le fer pur (4.2)

Déterminer comme suit la teneur en soufre dans le fer pur (4.2).

Préparer deux creusets en céramique (5.2). Placer un filtre en fibre de verre (5.3) au fond de chaque creuset à l'aide d'une paire de brucelles.

Ajouter 0,500 g de fer pur (4.2) dans l'un des creusets et 1,000 g dans l'autre. Couvrir chacun des deux creusets avec $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'accélérateur (4.5).

Traiter les creusets et leur contenu comme spécifié aux deuxième et troisième alinéas de 7.5.

Convertir les valeurs obtenues en milligrammes de soufre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.6).

La masse (m_2) de soufre, contenue dans les 0,500 g de fer pur ajoutés, est obtenue en soustrayant la valeur (m_3) correspondant à 0,500 g de fer pur de la valeur (m_4) correspondant à 1,000 g de fer pur. La masse (m_5) de soufre contenue dans 1,000 g de fer pur est égale au double de la masse (m_2) de soufre contenue dans les 0,500 g de fer pur ajoutés:

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

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.5 Dosage

Préparer un creuset en céramique (5.2), placer au fond de celui-ci un filtre en fibre de verre (5.3) à l'aide d'une paire de brucelles. Ajouter la prise d'essai (7.2) et le fer pur (4.2) (voir 7.2), puis couvrir avec $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'accélérateur (4.5).

Placer le creuset en céramique et son contenu sur la colonne support, élever l'ensemble jusqu'à la position de combustion et verrouiller le système. Mettre le four en marche conformément aux 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.

7.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.6.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

Préparer huit creusets en céramique (5.2) et placer au fond de chacun d'eux un filtre en fibre de verre (5.3) à l'aide d'une paire de brucelles.

À l'aide de la microbalance (5.1), peser à 0,001 mg près les quantités de sulfate de baryum (4.6) les plus proches possible de celles qui sont indiquées dans le tableau 1.

Ajouter 1,000 g de fer pur (4.2) et couvrir avec $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'accélérateur (4.5).

7.6.2 Mesurages

Traiter les creusets et leur contenu comme spécifié dans les deuxième et troisième alinéas de 7.5.

Tableau 1 — Gamme d'étalonnage

Masse de sulfate de baryum (4.6) mg	Masse de soufre extraite du creuset en céramique mg	Teneur en soufre de la prise d'essai % (m/m)
0 1)	0	0
3,64	0,50	0,10
5,46	0,75	0,15
7,28	1,00	0,20
9,10	1,25	0,25
10,92	1,50	0,30
12,74	1,75	0,35
14,56	2,00	0,40

1) Terme zéro.

7.6.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

La valeur nette est obtenue par soustraction de la valeur lue pour le terme zéro à la valeur lue pour chacun des autres termes de la gamme d'étalonnage.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant cette valeur nette en fonction des milligrammes de soufre pour chaque solution de la gamme d'étalonnage.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Expression des résultats

ISO 13902:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37c9275c-93eb-4e74-99a4-2b105c125a2a/iso-13902-1997>

8.1 Méthode de calcul

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

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

$$w_S = \frac{(m_0 - m_1 + m_2)}{m \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{(m_0 - m_1 + m_2)}{10m}$$

où

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

m_1 est la masse de soufre dans l'essai à blanc (7.3), exprimée en milligrammes;

m_2 est la masse de soufre dans 0,5 g de fer pur (4.2), exprimée en milligrammes, (voir 7.4);

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

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 18 laboratoires dans sept pays, avec huit niveaux de teneur en soufre, chaque laboratoire effectuant trois déterminations (voir les notes 4 et 5) des teneurs en soufre à chaque niveau.

NOTE 4 Deux de ces trois dosages ont été réalisés dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725-1, c'est-à-dire un même opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques, le même étalonnage et dans une période de temps minimale.

NOTE 5 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 4 avec le même appareillage mais avec un nouvel étalonnage.

Les échantillons pour essai utilisés ainsi que les moyennes obtenues et les résultats de fidélité sont indiqués dans le tableau B.1.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement conformément à l'ISO 5725, parties 1, 2 et 3.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en soufre et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir la note 6) comme le résume le tableau 2. La représentation graphique des données est indiquée à la figure C.1.

NOTE 6 La limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R) ont été calculées à l'aide de la procédure indiquée dans l'ISO 5725-2 d'après les résultats obtenus le jour 1. La limite de reproductibilité intralaboratoire (R_w) a été calculée en fonction du premier résultat obtenu le jour 1 et du résultat obtenu le jour 2 par la procédure donnée dans l'ISO 5725-3.

Tableau 2 — Résultats pour la limite de répétabilité et les limites de reproductibilité

Teneur en soufre % (m/m)	Limite de reproductibilité	
	r	R
0,10	0,004 0	0,017 7
0,15	0,005 9	0,018 8
0,20	0,007 8	0,020 0
0,25	0,009 7	0,020 7
0,30	0,011 6	0,021 3
0,35	0,013 4	0,021 9

9 Mode opératoire pour les échantillons contenant de la poudre fine

Dans le cas où l'échantillon pour laboratoire contient de la poudre fine, c'est-à-dire des particules de granulométrie inférieure à 500 μm , passer l'échantillon au travers d'un tamis de contrôle de 500 μm conforme à l'ISO 565, afin de séparer les fractions de haute et basse granulométrie. Peser des quantités proportionnelles de chaque fraction de manière à obtenir un échantillon représentatif pour l'analyse, puis déterminer séparément la teneur en soufre de chacune des fractions.

La teneur en soufre w_S est, dans ce cas, exprimée en pourcentage en masse et obtenue à l'aide de l'équation suivante:

$$w_S = \frac{(w_{S,1} \times m_{cf}) + (w_{S,2} \times m_{ff})}{m_{cf} + m_{ff}}$$

où

$w_{S,1}$ est la teneur en soufre, exprimée en pourcentage en masse, de la fraction de haute granulométrie;

$w_{S,2}$ est la teneur en soufre, exprimée en pourcentage en masse, de la fraction de basse granulométrie;

m_{cf} est la masse, exprimée en grammes, de la fraction de haute granulométrie de l'échantillon pour essai;

m_{ff} est la masse, exprimée en grammes, de la fraction de basse granulométrie de l'échantillon pour essai.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, du laboratoire et la date de l'analyse;
- b) la méthode utilisée, par référence à la présente Norme internationale;
- c) les résultats obtenus et la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tout élément inhabituel noté pendant le dosage;
- e) toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou toute opération facultative ayant pu influencer les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13902:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37c9275c-93eb-4e74-99a4-2b105c125a2a/iso-13902-1997>