

NORME
INTERNATIONALE

ISO
14284

Première édition
1996-07-01

**Fontes et aciers — Prélèvement
et préparation des échantillons pour
la détermination de la composition
chimique**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Steel and iron — Sampling and preparation of samples for
the determination of chemical composition*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c1c119a-e10d-4c1c-b72a-6032c9e1cdca/iso-14284-1996>



Numéro de référence
ISO 14284:1996(F)

Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Définitions	1
4	Exigences pour le prélèvement et la préparation des échantillons	3
4.1	Généralités	3
4.2	Échantillon	3
4.3	Prélèvement d'un échantillon	5
4.4	Préparation d'un échantillon	5
4.5	Mesures de sécurité	7
5	Fonte liquide pour l'élaboration de l'acier et la production de fonte brute	8
5.1	Généralités	8
5.2	Prélèvement à la louche	8
5.3	Prélèvement à la sonde	8
5.4	Préparation d'un échantillon pour analyse	9
6	Fonte liquide pour la production de fonte moulée	9
6.1	Généralités	9
6.2	Prélèvement à la louche	10
6.3	Prélèvement à la sonde	12
6.4	Préparation d'un échantillon pour analyse	12
6.5	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'oxygène, de l'azote et de l'hydrogène	13

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14284:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cfc119a-e10d-4cfc-b72a-6032c9e1edca/iso-14284-1996>

6032c9e1edca/iso-14284-1996

© ISO 1996

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

Imprimé en Suisse

7	Acier liquide pour l'élaboration de l'acier	13
7.1	Généralités	13
7.2	Prélèvement à la louche	14
7.3	Prélèvement à la sonde	14
7.4	Préparation d'un échantillon pour analyse	15
7.5	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'oxygène	16
7.6	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'hydrogène	16
8	Fontes brutes	17
8.1	Généralités	17
8.2	Échantillon élémentaire	17
8.3	Préparation d'un échantillon pour analyse	18
9	Fontes moulées	19
9.1	Généralités	19
9.2	Prélèvement et préparation d'un échantillon	20
10	Produits en acier	21
10.1	Généralités	21
10.2	Choix d'un échantillon préliminaire ou d'un échantillon pour analyse à partir d'un produit moulé	21
10.3	Choix d'un échantillon préliminaire ou d'un échantillon pour analyse à partir d'un produit corroyé	22
10.4	Préparation d'un échantillon pour analyse	23
10.5	Prélèvement sur l'acier au plomb	24
10.6	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'oxygène	24
10.7	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'hydrogène	25
Annexes		
A	Sondes de prélèvement utilisées avec la fonte et l'acier liquides	27
B	Sondes de prélèvement utilisées avec l'acier liquide pour le dosage de l'hydrogène	33

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14284:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6032c1e1-4284-4196-6032c1e1-4284-4196>

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 14284 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Elle annule et remplace l'ISO 377-2:1989, dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8cfc119a-e10d-4cfc-b72a-603f02e1d1b7/iso-14284-1996>

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

Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les méthodes de prélèvement et de préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique de la fonte brute, de la fonte moulée et de l'acier. Ces méthodes sont prescrites à la fois pour le métal liquide et le métal solide.

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 377:—¹⁾, *Acier et produits en acier — Position des échantillons et éprouvettes pour les essais mécaniques*.

ISO 9147:1987, *Fontes brutes — Définition et classification*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 méthode chimique d'analyse: Méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle l'échantillon est soumis à une réaction chimique.

3.2 méthode physique d'analyse: Méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle la détermination de la composition est effectuée sans soumettre l'échantillon à une réaction chimique, par exemple une méthode spectrométrique d'émission optique ou une méthode spectrométrique de fluorescence de rayons X.

3.3 méthode thermique d'analyse: Méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle l'échantillon est soumis à un procédé de chauffage, de combustion ou de fusion.

3.4 bain de fusion: Métal liquide à partir duquel un échantillon est prélevé.

3.5 prélèvement à la louche: Méthode par laquelle l'échantillon est prélevé sur le bain de fusion, ou lors de la coulée du bain, au moyen d'une louche à long manche, puis coulé dans un petit moule.

3.6 échantillon de louche: Échantillon prélevé du bain de fusion au moyen d'une louche, puis coulé dans un petit moule.

3.7 prélèvement à la sonde: Méthode par laquelle l'échantillon est prélevé sur le bain de fusion au moyen d'une sonde de prélèvement du commerce introduite dans le bain.

1) À publier. (Révision de l'ISO 377-1:1989)

3.8 prélèvement par immersion: Méthode de prélèvement à la sonde par laquelle la sonde est immergée dans le bain de fusion et où la chambre pour échantillon de la sonde se remplit par pression ferrostatique ou par gravité.

3.9 prélèvement par aspiration: Méthode de prélèvement à la sonde par laquelle la sonde est immergée dans le bain de fusion et où la chambre pour échantillon de la sonde se remplit par aspiration.

3.10 prélèvement à la coulée: Méthode de prélèvement à la sonde par laquelle la sonde est introduite dans un jet de métal liquide et où la chambre pour échantillon de la sonde se remplit grâce à la force exercée par l'écoulement du métal.

3.11 échantillon de sonde: Échantillon prélevé du bain de fusion au moyen d'une sonde de prélèvement du commerce.

3.12 produit moulé: Élément en fonte ou en acier qui n'a pas été soumis à déformation, par exemple un lingot, un demi-produit obtenu par coulée continue, une pièce moulée.

3.13 produit corroyé: Produit en acier qui a été soumis à déformation par laminage, étirage, forgeage ou par toute autre méthode, par exemple une barre, une billette, une tôle, une bande, un tube ou un fil.

3.14 produit-échantillon: Élément spécifique en fonte ou en acier choisi sur une quantité livrée dans l'intention d'obtenir un échantillon.

3.15 échantillon préliminaire: Quantité suffisante de métal choisie sur le produit-échantillon dans l'intention d'obtenir un ou plusieurs échantillons pour analyse.

3.16 échantillon pour analyse: Partie du produit-échantillon, ou partie de l'échantillon préliminaire prélevé sur le produit-échantillon, ou partie d'échantillon prélevée sur le bain de fusion, préparée selon les conditions requises pour être soumise à l'analyse.

L'échantillon pour analyse peut comprendre le produit-échantillon lui-même ou l'échantillon prélevé sur le bain.

NOTE 1 Les catégories d'échantillons pour analyse suivantes sont distinguées:

- échantillon massif;
- échantillon refondu;
- échantillon sous forme de copeaux produits par usinage;

- échantillon sous forme de fragments obtenus par broyage;
- échantillon sous forme de poudre obtenue par broyage.

3.17 prise d'essai: Partie de l'échantillon pour analyse, ou partie de l'échantillon prélevé sur le bain de fusion, réellement soumise à l'analyse. Dans certains cas, la prise d'essai peut être choisie sur le produit-échantillon lui-même.

NOTES

2 Les types de prises d'essai suivants, se présentant sous forme massive et obtenus à partir d'un échantillon de sonde, sont distingués:

- prise d'essai sous forme de petit disque, le plus souvent désignée par «pastille», obtenue par poinçonnage;
- prise d'essai sous forme de petit appendice, le plus souvent désignée par «languette»;
- prise d'essai sous forme de tige de petit diamètre, le plus souvent désignée par «crayon», obtenue par découpage.

3 Lorsque l'échantillon pour analyse se présente sous forme de copeaux ou de poudre, où lorsqu'un échantillon massif est analysé selon une méthode thermique, la prise d'essai est obtenue par pesage. Dans le cas d'une méthode d'analyse physique, la partie réellement analysée ne constitue qu'une petite masse de l'échantillon pour analyse. Dans une méthode spectrométrique d'émission optique, la masse de métal consommée dans une décharge électrique est d'environ 0,5 mg à 1 mg. Dans une méthode spectrométrique de fluorescence de rayons X, le rayonnement caractéristique est produit à partir d'une couche superficielle très mince de l'échantillon.

3.18 meulage: Dans une méthode physique d'analyse, méthode de préparation d'un échantillon de métal dans laquelle la surface de l'échantillon pour analyse est abrasée au moyen d'une meule.

3.19 polissage: Dans une méthode physique d'analyse, méthode de préparation d'un échantillon de métal dans laquelle la surface de l'échantillon pour analyse est abrasée par la rotation d'un disque souple ou d'une bande, recouverte de matière abrasive, fonctionnant en continu.

3.20 fraisage: Dans une méthode physique d'analyse, méthode de préparation d'un échantillon sous forme de copeaux ou de la surface d'un échantillon, dans laquelle la surface de l'échantillon est usinée à l'aide d'un outil tournant multicoupe.

3.21 livraison: Quantité de métal livrée en une seule fois.

3.22 échantillon élémentaire: Quantité de métal obtenue par prélèvement sur une livraison en une seule fois.

4 Exigences pour le prélèvement et la préparation des échantillons

4.1 Généralités

Le présent article couvre les exigences générales relatives à l'échantillon ainsi qu'au prélèvement et à la préparation des échantillons de fonte et d'acier. Des exigences spéciales s'appliquent à chaque catégorie de métaux liquide et solide; elles sont développées dans le paragraphe correspondant.

La séquence de prélèvement et de préparation des échantillons de fonte et d'acier liquides ainsi que des

produits en fonte moulée et en acier est représentée à la figure 1. Des considérations spéciales s'appliquent aux fontes brutes (voir article 8).

4.2 Échantillon

4.2.1 Qualité

Les modes de prélèvement doivent permettre de fournir un échantillon pour analyse représentatif de la composition chimique moyenne du bain de fusion ou du produit-échantillon.

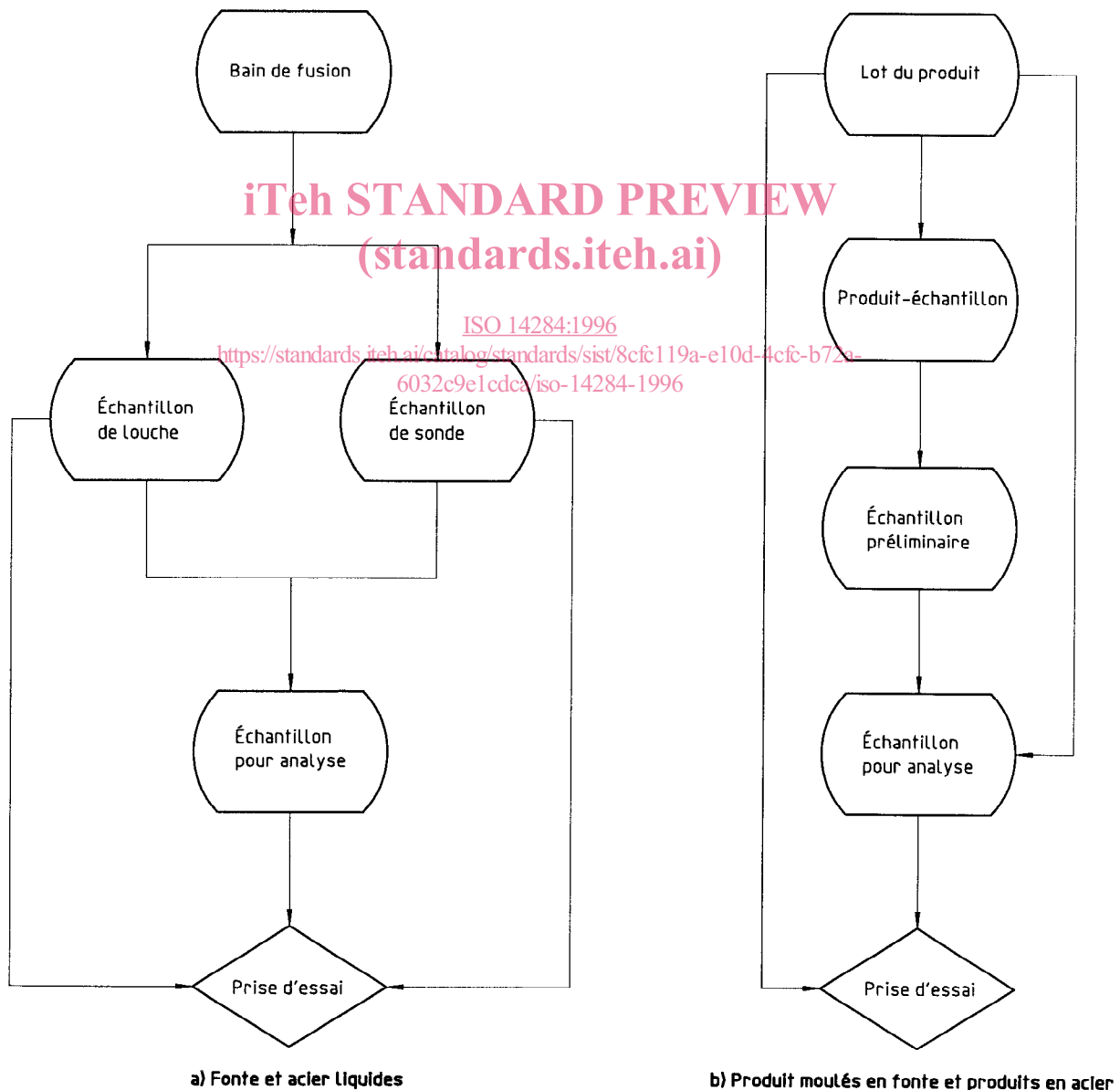


Figure 1 — Séquence de prélèvement et de préparation des échantillons

L'échantillon pour analyse doit être suffisamment homogène au niveau de sa composition chimique de sorte que l'hétérogénéité n'influe pas de manière significative sur la variabilité des erreurs de la méthode d'analyse. Cependant, dans le cas d'un échantillon prélevé sur un bain de fusion, une certaine variabilité dans l'analyse, aussi bien dans un même échantillon qu'entre plusieurs échantillons pour analyse, peut s'avérer inévitable. Cette variabilité fait partie intégrante de la répétabilité et de la reproductibilité de l'analyse.

L'échantillon pour analyse ne doit pas comporter de revêtement de surface et être exempt d'humidité, de poussière et de toute autre forme de souillure.

Dans la mesure du possible, il convient que l'échantillon pour analyse soit exempt de soufflures, de fissures et de porosité, ainsi que de bavures, de peaux ou autres défauts de surface.

Un soin particulier doit être apporté dans le choix et la préparation de l'échantillon pour analyse lorsqu'on s'attend à ce que l'échantillon prélevé sur un bain de métal soit hétérogène ou pollué d'une façon ou d'une autre.

Un échantillon prélevé sur un bain de fusion doit être refroidi de telle sorte que la composition chimique et la structure métallurgique de l'échantillon soient les mêmes d'un échantillon à l'autre.

Il est important de savoir que l'analyse par certaines méthodes physiques peut être influencée par la structure métallurgique de l'échantillon, notamment dans le cas des fontes présentant des structures blanches et grises, ainsi que dans le cas des aciers moulés et des aciers corroyés.

4.2.2 Dimensions

Les dimensions d'un échantillon préliminaire se présentant sous forme massive doivent être suffisantes pour permettre le prélèvement d'échantillons supplémentaires pour analyse dans un but de contre-analyse, lorsqu'il est nécessaire d'utiliser une autre méthode d'analyse.

Un échantillon pour analyse, de masse suffisante pour permettre une éventuelle contre-analyse, doit être préparé. En règle générale, une masse de 100 g convient pour un échantillon sous forme de copeaux ou de poudre.

Les exigences dimensionnelles pour un échantillon pour analyse se présentant sous forme massive dépendent de la méthode choisie pour l'analyse. Dans le cas des méthodes spectrométriques d'émission optique et de fluorescence de rayons X, la forme et les dimensions de l'échantillon seront déterminées en fonction des dimensions de la chambre pour échantillon. Il convient de noter que les dimensions des

échantillons pour analyse données dans la présente Norme internationale ne le sont qu'à titre purement indicatif.

4.2.3 Identification

Une seule identification doit être attribuée à un échantillon pour analyse de manière à déterminer le bain de fusion ou le produit-échantillon sur lequel il a été prélevé et, si nécessaire, les conditions du procédé de fusion ou l'emplacement de l'échantillon préliminaire ou de l'échantillon pour analyse dans le produit-échantillon.

Une seule identification doit être attribuée à un échantillon pour analyse de fonte brute de manière à déterminer la livraison ou la partie de la livraison et l'échantillon élémentaire sur lequel il a été prélevé.

L'étiquetage ou un mode équivalent de marquage doit être utilisé pour que l'identification attribuée demeure associée à l'échantillon pour analyse.

L'identification, l'état et la présentation de l'échantillon doivent être enregistrés afin d'éliminer tout risque de confusion sur l'identité de l'élément auquel l'analyse et les enregistrements se réfèrent.

4.2.4 Conservation

Des moyens de conservation adaptés doivent être prévus pour isoler et protéger l'échantillon pour analyse. Pendant et après sa préparation, l'échantillon pour analyse doit être entreposé de telle sorte qu'il soit à l'abri de toute contamination ou altération chimique.

Il est admis de conserver l'échantillon préliminaire sous forme massive et un échantillon pour analyse peut être alors préparé quand cela s'avère nécessaire.

L'échantillon pour analyse, ou l'échantillon préliminaire sous forme massive, doit être conservé suffisamment de temps afin de préserver l'intégrité du laboratoire d'essai.

4.2.5 Arbitrage

Dans le cas d'un échantillon destiné à l'arbitrage, l'échantillon pour analyse doit être préparé conjointement par le fournisseur et l'acheteur ou leurs représentants. Un enregistrement des méthodes utilisées pour préparer l'échantillon pour analyse sera conservé.

Les conteneurs renfermant les échantillons pour analyse destinés à un arbitrage doivent être scellés par les deux parties ou par leurs représentants. Sauf accord contraire, ces conteneurs doivent être conservés par les représentants de chaque partie responsable de la préparation des échantillons.

4.3 Prélèvement d'un échantillon

4.3.1 Échantillon prélevé à partir d'un bain de fusion

Les bains de fusion sont échantillonnés aux différentes étapes du procédé de fabrication à des fins de surveillance et de maîtrise du procédé. Des échantillons peuvent être prélevés à la coulée du bain de métal afin de vérifier si la composition chimique est conforme aux spécifications du produit moulé. Dans le cas du métal liquide destiné à la fabrication d'une pièce moulée, l'échantillon pour analyse peut être prélevé à partir de barres ou de blocs d'essai spécialement coulés avec le même métal que celui de la pièce moulée à des fins d'essais mécaniques, conformément à la norme relative au produit.

Les modes de prélèvement sur des bains de fusion doivent permettre d'obtenir des échantillons pendant un processus de fabrication particulier conforme aux exigences de qualité de l'échantillon (voir 4.2.1). L'échantillon obtenu à partir d'un bain de fusion se présente généralement sous forme d'un petit lingot, d'un bloc cylindrique ou rectangulaire, d'un disque coulé en coquille ou d'une combinaison de disques munis d'un ou de plusieurs crayons. Dans certains cas, de petites languettes sont fixées à un disque-échantillon.

NOTE 4 Des sondes de prélèvement destinées aux fontes et aciers liquides peuvent être obtenues auprès d'un certain nombre de fournisseurs. Les annexes A et B montrent les caractéristiques principales des différents types de sondes; les dimensions sont données uniquement à titre d'information.

4.3.2 Échantillon prélevé à partir d'un produit

L'échantillon préliminaire ou l'échantillon pour analyse peut être choisi à partir du produit-échantillon à l'emplacement indiqué dans la spécification relative au produit pour le choix du matériau ou les essais mécaniques, lorsqu'elle est disponible.

Dans le cas d'une pièce moulée en fonte, l'échantillon pour analyse peut être prélevé à partir d'une barre ou d'un bloc appartenant à la pièce.

Dans le cas d'une pièce forgée, l'échantillon pour analyse peut être prélevé sur le matériau d'origine avec lequel le forgeage a été réalisé, ou à partir des parties prolongées sur les pièces forgées ou de forgeages supplémentaires.

À défaut d'exigences données dans la norme relative au produit, ou de spécifications à la commande du produit, l'échantillon pour analyse peut, après accord entre fournisseur et acheteur, être prélevé à partir de l'échantillon destiné aux essais mécaniques ou de l'éprouvette, ou bien directement sur le produit-échantillon.

L'échantillon préliminaire ou l'échantillon pour analyse peuvent être prélevés sur le produit-échantillon par usinage ou par découpage au chalumeau. Des considérations particulières s'appliquent en cas de prélèvement destiné à la détermination de certains éléments.

4.4 Préparation d'un échantillon

4.4.1 Préparation préliminaire

Si une partie quelconque de l'échantillon risque de ne pas être représentative au niveau de la composition chimique, par exemple en raison de son oxydation, on peut accepter, après enquête établissant la nature et l'étendue de l'altération de sa composition, d'éliminer de l'échantillon les parties qui se sont trouvées modifiées. Après cette opération, la composition de l'échantillon doit ensuite être protégée contre toute altération.

Si nécessaire, la surface du métal doit être mise entièrement à nu à l'emplacement de l'usinage par tout moyen approprié afin d'éliminer le revêtement éventuel appliqué au cours de la fabrication. S'il y a lieu, la surface métallique doit être dégraissée au moyen d'un solvant approprié en prenant soin de s'assurer que la méthode de dégraissage n'influe en aucune façon sur l'exactitude de l'analyse.

4.4.2 Échantillon pour analyse sous forme de copeaux

L'échantillon pour analyse doit se présenter sous forme de copeaux de taille et de forme régulières. Ceux-ci peuvent être obtenus par des méthodes telles que perçage, fraisage, tournage ou poinçonnage. Les copeaux ne doivent pas être prélevés sur une partie de l'échantillon qui a été affectée par la chaleur de la flamme du chalumeau.

Les outils, machines et conteneurs utilisés au cours de la préparation de l'échantillon doivent être nettoyés au préalable de manière à éviter toute pollution de l'échantillon pour analyse.

L'usinage doit être effectué de telle sorte que les copeaux ne soient pas soumis à une surchauffe, mise en évidence par un changement dans leur couleur (bleuissement ou noircissement). La coloration inévitable des copeaux obtenue sur certains types d'aciers alliés, par exemple sur des aciers au manganèse et des aciers austénitiques, peut être minimisée en choisissant des outils et des vitesses de coupe appropriés.

Un traitement thermique peut être exigé afin d'adoucir l'échantillon avant son usinage.

L'emploi de liquides de refroidissement pendant l'usinage n'est admis que dans des cas exceptionnels;

les copeaux doivent ensuite être nettoyés au moyen d'un solvant approprié qui ne laisse aucun dépôt.

Les copeaux doivent être soigneusement mélangés avant de peser la prise d'essai. Pour la plupart des applications, il est satisfaisant de mélanger les copeaux en faisant rouler le conteneur sur une surface horizontale et/ou en le faisant osciller doucement.

4.4.3 Échantillon pour analyse sous forme de poudre ou de fragments

Lorsque le perçage de l'échantillon pour obtenir des copeaux est irréalisable, l'échantillon doit être coupé ou brisé en morceaux. Les fragments doivent être broyés au moyen d'un mortier à percussion ou d'un broyeur vibrant, connu également sous le nom de pulvérisateur ou de broyeur à disques ou à anneaux, afin d'obtenir un échantillon pour analyse en poudre que l'on passe entièrement au tamis d'ouverture de mailles définie.

Dans certaines applications destinées au dosage du carbone utilisant une méthode thermique d'analyse, l'échantillon est écrasé dans un mortier à percussion afin d'obtenir un échantillon pour analyse sous forme de fragments dont la taille de particules se situe dans la gamme de 1 mm à 2 mm environ.

Le matériel utilisé pour le broyage doit être constitué d'un matériau n'altérant pas la composition de l'échantillon. Des essais appropriés peuvent être nécessaires pour démontrer que l'usage d'un tel matériel n'affecte en aucune façon la composition de l'échantillon pour analyse.

Le broyage ne doit pas servir à la préparation des échantillons de fonte graphitique.

L'opération de tamisage doit être effectuée en prenant toutes les précautions utiles pour éviter toute contamination ou toute perte de matière. Un soin particulier doit être apporté au tamisage de matériaux durs afin d'éviter d'endommager la toile du tamis.

L'échantillon pour analyse doit être homogénéisé avant de peser la prise d'essai. Les poudres peuvent être homogénéisées par agitation.

ATTENTION — Des métaux finement divisés dont la taille de particule est inférieure à environ 150 µm risquent de prendre feu. Il convient de s'assurer qu'il existe une ventilation appropriée pendant le broyage.

4.4.4 Échantillon pour analyse sous forme massique

4.4.4.1 Prélèvement de l'échantillon pour analyse

L'échantillon pour analyse doit être obtenu en découpant, dans le produit-échantillon ou l'échantillon préliminaire, un morceau de dimensions et de forme

appropriées à la méthode d'analyse. Les échantillons doivent être coupés par sciage, tronçonnage au disque abrasif, cisailage ou poinçonnage.

À défaut d'indication dans la norme relative au produit, l'analyse par méthode physique doit être effectuée sur la partie de l'échantillon correspondant à une section transversale du produit, à condition que le matériau soit suffisamment épais.

4.4.4.2 Préparation de la surface de l'échantillon pour analyse

L'échantillon pour analyse doit être préparé de manière à présenter une surface appropriée à la méthode d'analyse. La préparation d'une surface pour l'analyse ne doit pas être effectuée sur une partie de l'échantillon qui a été affectée par la chaleur d'une flamme de chalumeau. Le matériel utilisé pour la préparation de l'échantillon doit être conçu de manière à réduire la surchauffe de l'échantillon et, s'il y a lieu, comporter un dispositif de refroidissement.

Quatre principaux types de machines servant à la préparation des surfaces peuvent être distingués.

- a) Une fraiseuse capable d'enlever le métal sur une profondeur prédéterminée de manière reproductible, utilisée avec des échantillons dont la gamme de dureté est appropriée au fraisage. Il convient que le matériel puisse être utilisé, si nécessaire, sur un échantillon prélevé à partir du bain de fusion, lorsque l'échantillon est encore chaud.
- b) Une rectifieuse à tête fixe, tournante ou à cadre oscillant, capable d'enlever le métal sur une profondeur prédéterminée de manière reproductible.
- c) Une machine de finition à plateau avec disques à rectifier abrasifs, ou machine à bandes abrasives en continu, susceptible d'être utilisée pour la préparation de la surface de l'échantillon pour analyse selon des degrés de finition différents.
- d) Une grenailleuse à base de sable, de grenaille de décapage ou métallique, susceptible d'être utilisée dans des applications spéciales pour nettoyer la surface de l'échantillon pour analyse ou la prise d'essai.

Après préparation, la surface de l'échantillon pour analyse doit être plane et exempte de défauts risquant de nuire à l'exactitude de l'analyse.

Le découpage et la préparation de la surface peuvent être réalisés manuellement ou automatiquement. Dans le cas des échantillons prélevés sur les bains de fusion, des systèmes du commerce, qui réalisent automatiquement chaque étape de la préparation, peuvent être utilisés. Des systèmes destinés à la préparation automatique de la surface des échantillons de sonde à double épaisseur [voir A.2.3 c) en annexe A],

et au poinçonnage des pastilles constituant des prises d'essai peuvent comprendre des dispositifs de sablage de l'échantillon et de traitement thermique permettant de l'adoucir avant poinçonnage.

Les matières abrasives utilisées en phase finale de la préparation de l'échantillon pour analyse doivent être choisies de sorte à éviter de polluer la surface avec des éléments qui doivent être déterminés par la méthode d'analyse. La grosseur des grains de l'abrasif doit être conforme à la qualité de la finition de surface exigée pour la méthode d'analyse.

Dans le cas des méthodes spectrométriques d'émission optique, un abrasif d'une grosseur de grain de 60 à 120 convient généralement. Avec les méthodes spectrométriques de fluorescence de rayons X, il est primordial que la méthode choisie pour la préparation de la surface produise une qualité de finition de surface reproductible d'un échantillon à l'autre. De plus, il est souhaitable que cette surface soit exempte de salissures.

L'effet des matières abrasives dépend de la méthode d'analyse. Avec des méthodes spectrométriques d'émission optique, le prééclatage nettoie généralement la surface de l'échantillon pour analyse en volatilisant toutes les impuretés dues au meulage. Un soin particulier est toutefois exigé pour éviter toute contamination de la surface lorsqu'un nouveau disque abrasif est utilisé.

Avec les méthodes spectrométriques de fluorescence de rayons X, toutes les phases de préparation de la surface doivent être examinées quant aux effets de contamination potentiels de la surface.

L'échantillon pour analyse doit être examiné visuellement après sa préparation pour confirmer que la surface est exempte de particules et ne présente aucun défaut; l'échantillon doit être resurfacé ou éliminé s'il présente des défauts. L'échantillon pour analyse doit être sec et la surface préparée doit être soigneusement protégée contre tout risque de pollution.

4.4.5 Préparation d'un échantillon pour analyse par refusion

Un échantillon se présentant sous forme de petits morceaux ou de copeaux, ou une partie du produit-échantillon lui-même, peut être fondu sous atmosphère d'argon au moyen d'un matériel de fusion disponible sur le marché. L'échantillon est transformé en disque de 40 mm à 30 mm de diamètre et de 6 mm d'épaisseur, approprié à l'analyse par méthode physique. Certains types de matériels de refusion comportent des dispositifs destinés au moulage par centrifugation du disque.

Des pertes partielles de certains éléments peuvent se produire pendant le processus de refusion. Il est essentiel de s'assurer que toute volatilisation sélective, toute ségrégation d'éléments ou toute autre altération

de la composition est quantitativement connue et n'influe pas de manière significative sur les résultats de l'analyse. Des essais appropriés doivent être effectués pour démontrer qu'une modification dans la composition est à la fois peu importante et reproductible.

Le matériel et la méthode employés pour la refusion doivent être conçus de manière à empêcher ou à minimiser une altération dans la composition et à garantir la reproductibilité de cette variation. Il convient d'utiliser un désoxydant, du zirconium à 0,1 % (m/m) par exemple, pendant la refusion. La méthode d'étalonnage du mesurage analytique doit prendre en compte toute variation survenant réellement.

Les métaux ferreux ne peuvent pas tous être refondus de cette manière. Cette méthode ne doit pas être utilisée pour la préparation d'échantillon pour la détermination d'un élément qui subit une altération importante et non reproductible de sa composition.

4.5 Mesures de sécurité

4.5.1 Protection du personnel

Un matériel de protection du personnel doit être prévu pour minimiser tout risque de blessure au cours des opérations de prélèvement et de préparation des échantillons. Ces mesures doivent inclure le port de vêtements de protection, de gants et de visières résistant aux projections, à utiliser lors du prélèvement de métal liquide. Ces dispositions doivent également inclure les vêtements de protection, les matériels de protection des mains, des yeux et des oreilles, à utiliser au moment du prélèvement et de la préparation de l'échantillon de métal à l'état solide; ainsi que du matériel de protection respiratoire disponible en cas de nécessité.

4.5.2 Machines

L'utilisation des machines destinées au prélèvement et à la préparation des échantillons doit se faire conformément aux normes nationales appropriées. Les opérations de meulage destinées à préparer la surface peuvent être couvertes par la législation nationale.

4.5.3 Substances dangereuses

En ce qui concerne l'emploi de solvants pour le nettoyage et le séchage des échantillons et des prises d'essai, des références aux réglementations nationales correspondantes doivent être faites.

5 Fonte liquide pour l'élaboration de l'acier et la production de fonte brute

5.1 Généralités

Les méthodes suivantes sont applicables au prélèvement de la fonte liquide de haut fourneau destinée à l'élaboration de l'acier désigné le plus souvent par «métal chaud» et à la coulée de la fonte brute. La fonte liquide est normalement prélevée dans le canal de coulée du haut fourneau pendant que le bain de fusion est versé dans des poches de «torpédo», à partir des bassins de transfert, pendant les processus de traitement secondaires dans la poche de coulée ou au cours de la coulée de la fonte liquide sous forme de gueuses.

La composition chimique de la fonte peut varier pendant l'écoulement depuis le haut fourneau. Il convient de prélever deux échantillons ou plus du bain de fusion à des intervalles définis et de déterminer une analyse moyenne.

Lorsque des méthodes physiques d'analyse sont utilisées, il est souhaitable que la méthode de prélèvement prévoit de faire subir une trempe au métal liquide pour garantir la conformité de la structure métallurgique de l'échantillon aux exigences de la méthode d'analyse choisie.

5.2 Prélèvement à la louche

5.2.1 Méthodes

Pour effectuer un prélèvement sur un bain de fusion, plonger une louche d'acier préchauffée dans le bain et la remplir de fonte liquide. Sortir la louche et éliminer le laitier en écumant la surface de la fonte liquide dans la louche.

Pour effectuer un prélèvement dans un jet de coulée, introduire une louche d'acier préchauffée dans le jet sortant de la poche de coulée et la remplir de fonte liquide.

Couler sans attendre la fonte liquide de la louche dans un moule métallique afin de tremper la fonte aussi rapidement que possible. Sortir l'échantillon du moule et éliminer les masselottes.

Il est primordial que la fonte liquide soit coulée dans un moule froid afin de garantir une trempe correcte. En cas de nécessité, il convient de refroidir le moule à l'air avant de l'utiliser. Le moule doit être exempt d'humidité.

Un échantillon sous forme de disque, le plus souvent appelé «médaille», peut être obtenu au moyen d'un moule en acier en deux parties. L'échantillon a, en règle générale, un diamètre de 35 mm à 40 mm et une épaisseur variant entre 6 mm et 12 mm. Le moule est

construit en deux parties assemblées par serrage lors de son utilisation: l'une des parties est une coquille plane trempée et l'autre est un bloc qui comporte la cavité du moule. Les bords de cette cavité doivent être légèrement coniques, par exemple de 38 mm à 32 mm, de manière à faciliter le démoulage de l'échantillon. Un échantillon-médaille est coulé verticalement ou horizontalement dans un moule.

Une médaille comportant un ou plusieurs crayon(s) peut être obtenue à partir d'un moule de type combiné. Les crayons détachés ensuite du disque en les cassant servent, si besoin est, de prise d'essai pour l'analyse par une méthode thermique. (La figure 2 représente un moule combiné type servant à la fonte liquide destinée à l'élaboration de la fonte moulée.)

Un échantillon en forme de tranche mince à extrémité arrondie peut être obtenu dans un moule en fonte ou en acier en deux parties. L'échantillon a généralement des dimensions de 70 mm x 35 mm et une épaisseur de 4 mm. Les deux moitiés du moule sont chanfreinées sur leur partie supérieure de manière à servir de masselotte d'alimentation et sont assemblées par serrage lors de son utilisation. Il semble préférable de se servir de ce type de moule avec de la fonte liquide à forte teneur en carbone.

5.2.2 Entretien du matériel

Il est essentiel de maintenir les louches et les moules métalliques dans un bon état de propreté et secs. Après usage, éliminer toute trace de laitier et de fond de poche et nettoyer les surfaces du moule à l'aide d'une brosse métallique.

Il convient de réuser le moule lorsque ses parois intérieures commencent à s'user. Cela évite le besoin d'un usinage supplémentaire de l'échantillon au moment de la préparation de la surface.

5.3 Prélèvement à la sonde

5.3.1 Généralités

L'annexe A présente les différents types de sondes utilisées pour le prélèvement de la fonte de haut fourneau. Il convient que les sondes soient conçues pour fournir un échantillon en forme de disque dont la zone de fonte blanche est d'épaisseur suffisante pour satisfaire aux exigences de la méthode physique choisie pour l'analyse.

Le prélèvement à la sonde est influencé par des facteurs tels que l'angle et la profondeur d'immersion de la sonde dans le bain, et les durées d'immersion peuvent varier en fonction de la température de la fonte liquide. Il convient de déterminer ces facteurs pour un mode de fabrication particulier de la fonte et de les contrôler ensuite rigoureusement afin de maintenir le niveau recherché de qualité de l'échantillon pour analyse.

5.3.2 Méthodes

Pour réaliser un prélèvement à partir d'un bain de fusion, plonger une sonde par immersion appropriée dans le bain de fusion aussi perpendiculairement que possible à la surface du bain.

Lorsqu'un prélèvement à partir d'un canal de coulée de haut fourneau est réalisé, choisir la position d'immersion de manière à donner au métal liquide suffisamment de profondeur pour une bonne utilisation de la sonde. Une profondeur d'environ 200 mm convient à la plupart des types de sondes de prélèvement.

Pour le prélèvement de la fonte liquide dans le jet de coulée, introduire une sonde par aspiration appropriée dans le jet de métal sortant d'une poche, selon un angle d'environ 45° par rapport à la verticale, en un endroit aussi proche que possible du bec de la poche.

Sortir la sonde du bain de fusion après une durée pré-établie, détacher l'échantillon et le laisser refroidir à l'air.

5.4 Préparation d'un échantillon pour analyse

5.4.1 Préparation préliminaire

Éliminer toute oxydation de la surface d'un échantillon prélevé sur un bain de fusion, susceptible de contaminer l'échantillon pour analyse pendant la préparation qui suit.

5.4.2 Échantillon pour analyse par une méthode chimique

Briser l'échantillon en petits morceaux et les écraser à l'aide d'un mortier à percussion ou d'un broyeur vibrant afin d'obtenir une masse suffisante d'échantillon pour analyse avec une taille de particule de préférence inférieure à 150 µm.

Il est également possible d'obtenir des copeaux en perçant l'échantillon à petite vitesse comme décrit en 8.3.1.

5.4.3 Échantillon pour analyse par une méthode thermique

Briser le crayon d'un disque en morceaux de masse appropriée à l'utilisation comme prises d'essai, ou utiliser les languettes d'un échantillon obtenu à la sonde. Analyser un nombre représentatif de prises d'essai pour obtenir une valeur moyenne.

Il est également possible de broyer le crayon ou les languettes à l'aide d'un mortier à percussion pour obtenir une masse suffisante d'échantillon pour analyse avec une taille de particule d'environ 1 mm à 2 mm.

Éviter la production de fines pendant le broyage. Dans le cas d'un échantillon en forme de tranche, le briser en petits morceaux et les broyer de la même manière.

5.4.4 Échantillon pour analyse par une méthode physique

Dans le cas d'un disque, détacher les languettes ou crayons puis, si nécessaire, meuler la surface de l'échantillon pour mettre à nu une zone de fonte blanche qui soit représentative de l'échantillon. La quantité de matière à retirer de cette manière doit être déterminée selon la composition chimique de la fonte en question et les conditions de prélèvement; l'épaisseur de la couche à retirer se situe normalement entre 0,5 mm et 1 mm (voir A.6).

Dans le cas d'un échantillon en forme de tranche, le briser en deux morceaux pour obtenir un échantillon de taille appropriée pour l'analyse.

Préparer la surface de l'échantillon par meulage ou polissage. Le meulage doit être réalisé sous liquide de refroidissement pour éviter la surchauffe de l'échantillon, toutefois la préparation finale de la surface doit être réalisée par polissage à sec. Il est également possible de refroidir l'échantillon après meulage en l'immergeant dans l'eau, puis de terminer par un polissage à sec.

Un soin particulier est exigé dans la préparation de la surface d'échantillons minces. Un mandrin spécialement conçu pour maintenir fermement l'échantillon pendant les opérations de meulage et de polissage doit être utilisé.

6 Fonte liquide pour la production de fonte moulée

6.1 Généralités

Les méthodes suivantes sont applicables au prélèvement de la fonte liquide sur les cubilots et les fours électriques, sur les fours de maintien dans les procédés en duplex, sur les poches et les bassins de traitement métallurgique.

La fonte liquide destinée à l'élaboration des pièces moulées peut être sujette à hétérogénéité; un soin particulier est exigé dans la conception des stratégies et des méthodes de prélèvement afin de satisfaire aux exigences du processus de fabrication particulier. Ainsi, la fonte liquide des fours de maintien a tendance à se stratifier et il convient donc de s'assurer que l'analyse est représentative du bain dans son ensemble.

Dans les procédés discontinus, il convient de prélever deux échantillons ou plus sur les fours de fusion, de préférence lorsque le bain a été déchargé au tiers et