
**Aciers et fontes — Dosage du carbone et
du soufre totaux — Méthode par absorption
dans l'infrarouge après combustion dans
un four à induction (méthode pratique)**

*Steel and iron — Determination of total carbon and sulfur content —
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace
(routine method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15350:2000

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-
e2b71f8a5480/iso-15350-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15350:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Méthode d'essai	3
7 Échantillonnage	4
8 Mode opératoire	4
9 Expression des résultats	11
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Exemples de diagrammes de principes d'analyse	14
Annexe B (informative) Exemple de calcul d'une vérification de la linéarité	20
Annexe C (informative) Informations complémentaires sur les essais coopératifs internationaux	21
Annexe D (informative) Représentation graphique des données de fidélité	25

[ISO 15350:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 15350 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 D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 15350:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000>

Aciers et fontes — Dosage du carbone et du soufre totaux — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction (méthode pratique)

1 Domaine d'application

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

La méthode est applicable aux aciers et fontes avec des fractions massiques de carbone comprises entre 0,005 % et 4,3 % et avec des fractions massiques de soufre comprises entre 0,000 5 % et 0,33 %.

La présente méthode est destinée à être utilisée lors d'opérations normales de production et à satisfaire toutes les bonnes pratiques de laboratoire prévues et acceptées par les organismes reconnus d'accréditation de laboratoires. Elle fait appel à tout appareillage disponible dans le commerce, est étalonnée et l'étalonnage est vérifié en utilisant des matériaux de référence certifiés en acier et en fonte. Ses performances sont contrôlées au moyen de procédures de maîtrise statistique des procédés (MSP).

La présente méthode peut être utilisée de manière séquentielle, c'est-à-dire pour doser individuellement le carbone et le soufre, ou de manière simultanée, c'est-à-dire pour doser simultanément le carbone et le soufre.

[ISO 15350:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000>

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 437:1982, *Aciers et fontes — Dosage du carbone total — Méthode gravimétrique après combustion.*

ISO 4934:1980, *Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode gravimétrique.*

ISO 4935:1989, *Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.*

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 9556:1989, *Aciers et fontes — Dosage du carbone total — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.*

ISO 10701:1994, *Aciers et fontes — Dosage du soufre — Méthode spectrophotométrique au bleu de méthylène.*

ISO 13902:1997, *Aciers et fontes — Dosage du soufre en fortes teneurs — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.*

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

3 Principe

3.1 Carbone

Le carbone est transformé en monoxyde et/ou en dioxyde de carbone par combustion sous un courant d'oxygène. Le mesurage par absorption dans l'infrarouge du monoxyde de carbone et du dioxyde de carbone est effectué à l'aide d'un courant d'oxygène.

3.2 Soufre

Le soufre est transformé en dioxyde de soufre par combustion sous un courant d'oxygène. Le mesurage par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de soufre est effectué à l'aide d'un courant d'oxygène.

4 Réactifs

4.1 **Acétone**, l'extrait sec après évaporation doit avoir une fraction massique inférieure à 0,000 5 %.

4.2 **Cyclohexane**, l'extrait sec après évaporation doit avoir une fraction massique inférieure à 0,000 5 %.

4.3 **Céramique inerte**, attapulgite imprégnée d'hydroxyde de sodium et de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm, pour l'absorption du dioxyde de carbone.

4.4 **Fer pur**, utilisé comme accélérateur, de granulométrie comprise entre 0,4 mm et 0,8 mm et avec des fractions massiques de carbone et de soufre inférieures à 0,001 %.

4.5 **Perchlorate de magnésium**, de qualité pour analyse, de granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm, pour l'absorption de l'humidité.

4.6 **Oxygène**, de haute pureté [minimum 99,5 %].

Si la présence de polluants organiques est suspectée dans l'oxygène, un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine] chauffé à 600 °C doit être placé en amont des tubes contenant les absorbants spécifiques de dioxyde de carbone et d'eau.

4.7 **Platine** ou **silice platinisée**, chauffé(e) à 350 °C, pour la transformation du monoxyde de carbone en dioxyde de carbone.

4.8 **Accélérateur**, cuivre, tungstène-étain ou tungstène pour la détermination du carbone et tungstène pour la détermination du soufre, de granulométrie comprise entre 0,4 mm et 0,8 mm et avec des fractions massiques de carbone et de soufre respectivement inférieures à 0,001 % et 0,000 5 %.

4.9 **Ouate de cellulose**, destinée à recueillir l'anhydride sulfurique.

4.10 **Matériaux de référence certifiés (MRC) en acier et fonte**, tous les matériaux de référence utilisés pour l'étalonnage et la vérification de l'étalonnage doivent être certifiés par des organismes reconnus à l'échelle internationale et validés lors d'un ou de plusieurs programme(s) d'essais interlaboratoires nationaux ou internationaux. Il est recommandé d'utiliser des matériaux ayant été certifiés en utilisant des méthodes de référence, par exemple l'ISO 437 et l'ISO 9556 pour le carbone, l'ISO 4934, l'ISO 4935, l'ISO 10701 et l'ISO 13902

pour le soufre, pouvant être raccordées aux unités SI par opposition à celles dont l'étalonnage est pratiqué à l'aide d'autres matériaux de référence certifiés.

4.11 Matériaux de référence (MR) en acier et fonte, ceux qui sont utilisés pour une maîtrise statistique des procédés de la méthode n'ont pas besoin d'être certifiés, mais les données caractérisant leur homogénéité doivent être disponibles soit auprès de l'organisme de certification, soit auprès du laboratoire qui utilise le matériau, afin de garantir la validité des données de contrôle générées.

5 Appareillage

Utiliser uniquement du matériel courant de laboratoire ainsi que le matériel suivant.

5.1 Analyseur de carbone et/ou de soufre, constitué d'une source d'énergie infrarouge (IR), d'une cellule de mesure et d'une cellule de référence séparées, et d'un diaphragme agissant comme l'une des plaques d'un condensateur à plaques parallèles.

5.2 Creusets en céramique, tels que spécifiés par le fabricant de l'appareillage utilisé et capables de résister à la combustion dans un four à induction sans dégager de produits chimiques contenant du carbone et du soufre de manière à pouvoir assurer des valeurs d'essai à blanc compatibles avec la spécification.

NOTE La contamination par le carbone et le soufre peut généralement être éliminée en calcinant les creusets dans un four électrique dans l'air pendant au moins 40 min à 1 000 °C ou pendant au moins 15 min à 1 350 °C. Après traitement, retirer les creusets du four, les laisser refroidir pendant 2 min à 3 min sur un support approprié propre et résistant à la chaleur, puis les conserver dans un dessiccateur.

5.3 Pincettes à creuset, adaptées à l'utilisation des creusets utilisés (5.2).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Méthode d'essai

ISO 15350:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-401f8290b12b/iso-15350>

La présente méthode d'essai est conçue pour être mise en œuvre en utilisant des analyseurs du commerce, équipés pour effectuer automatiquement les opérations requises et pouvant être étalonnés à l'aide d'aciers et de fontes ayant des teneurs connues en carbone et en soufre.

L'analyseur utilisé sera satisfaisant s'il répond aux critères décrits dans l'article 8.

6.1 Absorption dans l'infrarouge (IR) pour le carbone — Méthode A

La quantité de dioxyde de carbone est mesurée par absorption dans l'infrarouge (IR). Le dioxyde de carbone (CO₂) absorbe l'énergie infrarouge (IR) à une longueur d'onde spécifique du spectre IR. L'énergie correspondant à cette longueur d'onde est absorbée lorsque le gaz traverse le corps d'une cellule dans laquelle l'énergie IR est transmise. L'énergie des autres radiations IR est éliminée par un filtre de longueur d'onde et n'atteint donc pas le détecteur. Ainsi, l'absorption de l'énergie IR ne peut être attribuée qu'au seul CO₂ et sa concentration est mesurée en tant que variation de l'énergie au niveau du détecteur. Une cellule unique est utilisée à la fois comme cellule de référence et comme cellule de mesure. Le carbone total, en tant que CO₂, est contrôlé et mesuré sur une période de temps donnée. Voir la Figure A.1.

6.2 Absorption dans l'infrarouge (IR) pour le carbone — Méthode B

Pendant la combustion de l'échantillon, le courant de CO₂ entraîné par le gaz porteur (oxygène) est acheminé dans la cellule de mesure (voir 5.1) alors que seul l'oxygène traverse la cellule de référence. L'énergie provenant de la source IR traverse les deux cellules, arrivant simultanément au niveau du diaphragme (plaque de condensateur). Une partie de l'énergie IR est absorbée par le CO₂ présent dans la cellule de mesure alors qu'aucune énergie n'est absorbée dans la cellule de référence. Il s'en suit un déséquilibre de l'énergie IR atteignant le diaphragme et donc une déformation de celui-ci. Cette déformation altère la capacité fixe engendrant une modification du signal électrique qui est amplifiée pour le mesurage en tant que CO₂. Le carbone total, en tant que CO₂, est contrôlé et mesuré sur une période de temps donnée. Voir la Figure A.2.

6.3 Absorption dans l'infrarouge (IR) pour le carbone — Méthode C, boucle fermée

La combustion est effectuée dans une boucle fermée dans laquelle le monoxyde de carbone (CO) et le CO₂ sont détectés dans la même cellule à infrarouge. Chaque gaz est mesuré à l'aide d'un détecteur d'énergie à semi-conducteurs. Des filtres sont utilisés pour sélectionner la longueur d'onde IR appropriée à chaque détecteur. En l'absence de CO et de CO₂, l'énergie reçue par chaque détecteur est maximale. Pendant la combustion, les propriétés d'absorption dans l'IR du CO et du CO₂ gazeux contenus dans la cellule engendrent une perte d'énergie. Il s'en suit donc une perte au niveau du signal qui est proportionnelle aux concentrations de chaque gaz contenu dans la boucle fermée. Le carbone total, en tant que CO₂ et CO, est contrôlé et mesuré pendant une période de temps donnée. Voir la Figure A.3.

6.4 Absorption dans l'infrarouge (IR) pour le soufre — Méthode A

Le dioxyde de soufre (SO₂) absorbe l'énergie infrarouge (IR) à une longueur d'onde spécifique du spectre IR. L'énergie correspondant à cette longueur d'onde est absorbée lorsque le gaz traverse le corps d'une cellule dans laquelle l'énergie IR est transmise. L'énergie des autres radiations IR est éliminée par un filtre de longueur d'onde et n'atteint donc pas le détecteur. Ainsi, l'absorption de l'énergie IR ne peut être attribuée qu'au seul SO₂ et sa concentration est mesurée en tant que variation de l'énergie au niveau du détecteur. Une cellule unique est utilisée à la fois comme cellule de référence et comme cellule de mesure. Le soufre total, en tant que SO₂, est contrôlé et mesuré sur une période de temps donnée. Voir la Figure A.4.

6.5 Absorption dans l'infrarouge pour le soufre — Méthode B

Pendant la combustion de l'échantillon, le courant de SO₂ entraîné par le gaz porteur (oxygène) est acheminé dans la cellule de mesure (voir 5.1) alors que seul l'oxygène traverse la cellule de référence. L'énergie provenant de la source IR traverse les deux cellules, arrivant simultanément au niveau du diaphragme (plaque de condensateur). Une partie de l'énergie IR est absorbée par le SO₂ présent dans la cellule de mesure alors qu'aucune énergie n'est absorbée dans la cellule de référence. Il s'en suit un déséquilibre de l'énergie IR atteignant le diaphragme et donc une déformation de celui-ci. Cette déformation altère la capacité fixe engendrant une modification du signal électrique qui est amplifiée pour le mesurage en tant que SO₂. Le soufre total, en tant que SO₂, est contrôlé et mesuré sur une période de temps donnée. Voir la Figure A.5.

6.6 Absorption dans l'infrarouge pour le soufre — Méthode C, boucle fermée

La combustion est effectuée dans une boucle fermée dans laquelle le SO₂ est détecté dans une cellule à infrarouge. Le SO₂ est mesuré à l'aide d'un détecteur d'énergie à semi-conducteurs. Des filtres sont utilisés pour sélectionner la longueur d'onde IR appropriée au détecteur. Pendant la combustion, la propriété d'absorption dans l'IR du SO₂ gazeux contenu dans la cellule engendre une perte d'énergie. Il s'en suit donc une perte au niveau du signal qui est proportionnelle à la concentration du gaz contenu dans la boucle fermée. Le soufre total, en tant que SO₂, est contrôlé et mesuré pendant une période de temps donnée. Voir la Figure A.6.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284 ou à des normes nationales appropriées pour fontes et aciers.

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les risques engendrés par une analyse avec combustion sont principalement des risques de brûlure lors de la précalcination des creusets en céramique et lors des fusions. Employer toujours des pinces à creuset et des récipients appropriés pour les creusets usagés. Observer les précautions normales pour manipuler les 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 engendre des risques d'incendie.

8.1 Préparation de l'appareillage

Assembler l'appareillage et le préparer à fonctionner en suivant les instructions du fabricant. Essayer le four et l'analyseur pour s'assurer de l'absence de fuite. Réaliser au moins cinq dosages en utilisant un échantillon contenant des teneurs mesurables de carbone et de soufre et un accélérateur, tel que spécifié en 8.3, avant de procéder à l'étalonnage du système ou de déterminer la valeur de l'essai à blanc.

8.2 Prise d'essai

8.2.1 L'échantillon doit être constitué de fragments de même taille, mais pas inférieure à 0,4 mm. Il doit aussi être exempt d'huile, de graisse et autres polluants, en particulier ceux qui pourraient accroître les teneurs en carbone et en soufre de l'échantillon. Les prises d'essai prélevées pour l'étalonnage doivent être de taille équivalente à celles prélevées pour l'analyse et doivent être conformes aux instructions du fabricant.

Nettoyer les échantillons contaminés et ceux qui ont une fraction massique de carbone de moins de 0,02 %, dans de l'acétone, du cyclohexane ou un autre solvant approprié, et les sécher entre 70 °C et 100 °C.

Peser, à 1 mg près, les quantités appropriées d'échantillon pour essai en fonction de la capacité du four à induction et de la teneur en analyte.

8.2.2 Il convient que le laboratoire s'assure que ses échantillons ne sont pas contaminés par des matériaux contenant du carbone et/ou du soufre. Les méthodes spécifiques de préparation des échantillons ne sont pas traitées dans la présente Norme internationale. Il est recommandé que le laboratoire effectue, de temps en temps, des dosages contrôlés en double sur des portions d'échantillons prêts à l'analyse et d'échantillons prêts à l'analyse nettoyés au solvant, à différentes concentrations, afin de détecter une éventuelle contamination. S'il existe des différences statistiquement significatives entre les portions prêtes à l'analyse et les portions prêtes à l'analyse nettoyées au solvant, il convient que les modes opératoires de préparation des échantillons soient revus et révisés, comme approprié.

8.3 Étalonnage

ISO 15350:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5eab5674-41c2-466e-90fe-e2b71f8a5480/iso-15350-2000>

8.3.1 Carbone

8.3.1.1 Établissement des domaines d'étalonnage et choix des MRC

Déterminer le domaine total de teneurs en carbone à analyser dans le laboratoire en utilisant la présente méthode, puis le subdiviser en intervalles comme indiqué dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Domaines d'étalonnage du carbone

Désignation du domaine de mesure	Domaine d'étalonnage fraction massique en %
I	0,005 à 0,120
II	0,10 à 1,25
III	1,0 à 4,3

Les domaines de mesure donnés dans le Tableau 1 ont été sélectionnés de manière à atteindre des performances de mesure optimales et à fixer les paramètres pour les essais interlaboratoires. Ils se chevauchent légèrement pour assurer une flexibilité de fonctionnement. Il est important de noter que des fractions massiques de carbone inférieures à 0,005 % ou supérieures à 5 % se situent en dehors du domaine en essai et il ne peut donc pas être revendiqué que de tels résultats ont été déterminés conformément à la présente méthode normalisée. De la même manière, les laboratoires ne sont pas obligés d'effectuer un étalonnage sur la totalité de ces trois domaines s'ils n'entrent pas dans leur domaine d'activité.

Enfin, des écarts raisonnables par rapport à ces domaines peuvent être admis pour conférer la flexibilité nécessaire à l'adaptation aux exigences pratiques des domaines d'étalonnage pour le carbone et le soufre dans des dosages simultanés.

Sélectionner, pour l'étalonnage et la vérification, un groupe de MRC (4.10) qui, au minimum, correspondent aux points bas, haut et quartile de chaque domaine opérationnel de fonctionnement. En outre, sélectionner un MRC de très faible teneur en carbone pour l'utiliser lors de la détermination de la valeur de l'essai à blanc.

8.3.1.2 Réglage de la réponse du système de mesurage

Si l'appareil a plusieurs détecteurs de carbone (système de mesurage), effectuer le réglage décrit dans ce paragraphe sur chacun d'entre eux.

NOTE 1 Le seul but de ce paragraphe est d'assurer un étalonnage ayant une exactitude suffisante pour déterminer la valeur de l'essai à blanc.

Déterminer tous les paramètres expérimentaux pour toutes les gammes de carbone. Si des dosages simultanés du carbone et du soufre doivent être effectués, s'assurer que tous les paramètres relatifs aux canaux correspondant sont les mêmes. Les paramètres devant être spécifiés comprennent:

- creuset: calcination préalable ou non;
- accélérateur: type et masse;
- prise d'essai: masse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Il est fortement recommandé de calciner préalablement les creusets afin de minimiser l'amplitude et la variabilité de la valeur de l'essai à blanc.

Transférer dans un creuset (5.2) la masse sélectionnée d'un MR (4.11) ayant une fraction massique de carbone d'environ 0,05 %, pesée à 1 mg près et la masse sélectionnée d'accélérateur, pesée à 5 mg près. Placer le creuset sur le piédestal du four et actionner la fermeture du système. Utiliser des pinces à creuset (5.3) pour manipuler les creusets précalcinés.

Lancer le cycle d'analyse. Se reporter au mode opératoire recommandé par le fabricant pour ce qui concerne la saisie de la masse de la prise d'essai et de la valeur de l'essai à blanc.

Répéter l'analyse du MR (4.11) jusqu'à ce qu'aucune dérive ne soit relevée. En suivant les instructions du fabricant, ajuster le signal pour obtenir une lecture à 0,003 % près de la valeur en carbone pour le MR.

8.3.1.3 Détermination de la valeur de l'essai à blanc

Pour chaque domaine de mesure, transférer dans un creuset la masse sélectionnée d'accélérateur, pesée à 5 mg près. Ajouter la masse sélectionnée du MRC (4.10) devant être utilisé pour mesurer la valeur de l'essai à blanc pour le carbone. Entrer la masse de MRC dans le compensateur de poids de l'appareil. Placer le creuset sur le piédestal du four et déclencher un cycle d'analyse. Répéter le dosage trois autres fois. Faire la moyenne des résultats. Soustraire la teneur en carbone du MRC de la moyenne afin de déterminer la valeur de l'essai à blanc. Si la valeur de l'essai à blanc est supérieure à 0,002 % et si l'écart-type est supérieur à 0,000 5 %, trouver l'origine du problème, le corriger et recommencer l'expérience. Entrer la valeur moyenne de l'essai à blanc dans l'analyseur conformément aux instructions du fabricant.

Il convient d'ajuster, si nécessaire, la masse d'accélérateur prise pour correspondre à la quantité spécifiée en 8.3.1.2. Si l'analyseur ne dispose pas d'une correction automatique de la valeur de l'essai à blanc, il convient de soustraire cette valeur du résultat total avant tout calcul.

8.3.1.4 Établissement des courbes d'étalonnage

À l'aide des MRC (4.10) sélectionnés de manière appropriée dans la liste créée en 8.3.1.1, étalonner l'appareil pour les domaines indiqués en 8.3.1.1, en utilisant les valeurs de l'essai à blanc déterminées en 8.3.1.3, conformément aux instructions du fabricant. Si le logiciel fourni avec l'appareil ne permet pas un ajustement de la courbe avec plusieurs étalons, étalonner l'appareil selon les instructions du fabricant et effectuer immédiatement une analyse de tous les étalons comme s'ils étaient inconnus. Comparer les résultats avec les exigences du fabricant. Corriger toutes les conditions non conformes avant de passer à l'étape suivante.

8.3.2 Soufre

8.3.2.1 Établissement des domaines d'étalonnage et choix des MRC

Déterminer le domaine total de teneurs en soufre à analyser dans le laboratoire en utilisant la présente méthode, puis le subdiviser en intervalles comme indiqué dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Domaines d'étalonnage du soufre

Désignation du domaine de mesure	Domaine d'étalonnage fraction massique en %
I	0,000 5 à 0,050
II	0,03 à 0,33

Les domaines de mesure donnés dans le Tableau 2 ont été sélectionnés de manière à atteindre des performances de mesure optimales et à fixer les paramètres pour les essais interlaboratoires. Ils se chevauchent légèrement pour assurer une flexibilité de fonctionnement. **Il est important de noter que des fractions massiques de soufre inférieures à 0,000 5 % ou supérieures à 0,4 % se situent en dehors du domaine en essai et il ne peut donc pas être revendiqué que de tels résultats ont été déterminés conformément à la présente méthode normalisée.** De la même manière, les laboratoires ne sont pas obligés d'effectuer un étalonnage sur ces deux domaines s'ils n'entrent pas dans leur domaine d'activité.

Enfin, des écarts raisonnables par rapport à ces domaines peuvent être admis pour conférer la flexibilité nécessaire à l'adaptation aux exigences pratiques des domaines d'étalonnage pour le carbone et le soufre dans des dosages simultanés.

Sélectionner, pour l'étalonnage et la vérification, un groupe de MRC (4.10) qui, au minimum, correspondent aux points bas, haut et quartile de chaque domaine opérationnel de fonctionnement. En outre, sélectionner un MRC de très faible teneur en soufre pour l'utiliser lors de la détermination de la valeur de l'essai à blanc.

8.3.2.2 Réglage de la réponse du système de mesurage

Suivre le mode opératoire indiqué en 8.3.1.2, mais en utilisant un matériau de référence ayant une fraction massique d'environ 0,03 %.

8.3.2.3 Détermination des valeurs de l'essai à blanc

Suivre le mode opératoire indiqué en 8.3.1.3, mais en utilisant un MRC (4.10) contenant du soufre.

8.3.2.4 Établissement des courbes d'étalonnage

À l'aide des MRC (4.10) sélectionnés de manière appropriée dans la liste créée au 8.3.2.1, étalonner l'appareil pour les domaines indiqués en 8.3.2.1, en utilisant les valeurs de l'essai à blanc déterminées en 8.3.2.3, conformément aux instructions du fabricant. Si le logiciel fourni avec l'appareil ne permet pas un ajustement de la courbe avec plusieurs étalons, étalonner l'appareil selon les instructions du fabricant et effectuer immédiatement

une analyse de tous les étalons comme s'ils étaient inconnus. Comparer les résultats avec les exigences du fabricant. Corriger toutes les conditions non conformes avant de passer à l'étape suivante.

8.4 Vérification de l'étalonnage

8.4.1 Linéarité

Pour chaque domaine d'étalonnage relatif au carbone et au soufre, sélectionner deux MRC (4.10) connus pour leur homogénéité dans des prises d'essai inférieures à 0,1 g. Il convient que l'un de ceux-ci (A) se situe au-dessous et l'autre (B) au-dessus des limites du domaine d'étalonnage. Mélanger ces deux MRC en neuf lots différents, les analyser et évaluer la linéarité de l'étalonnage comme décrit ci-après.

Si plusieurs domaines d'étalonnage utilisent les mêmes réglages opératoires, y compris le détecteur, ils peuvent alors être combinés pour la vérification de linéarité. Dans ce cas, il convient que les MRC A et B correspondent aux limites extrêmes des domaines combinés.

Préparer une série de neuf creusets conformément au mode opératoire devant être utilisé au laboratoire pour analyser des échantillons inconnus. À l'aide d'une balance analytique, peser une portion de chaque MR (4.11) dans chaque creuset, conformément au Tableau 3. Peser chaque portion à 0,000 1 g près et enregistrer les résultats. Dans le Tableau 3, *M* désigne la masse de l'échantillon total, normalement 1 g, devant être prélevé pour l'analyse.

Tableau 3 — Série d'échantillons pour vérifier la linéarité

Échantillon n°	Masse de A g M	Masse de B g 0
1	M	0
2	$0,875 \times M$	$0,125 \times M$
3	$0,75 \times M$	$0,25 \times M$
4	$0,625 \times M$	$0,375 \times M$
5	$0,5 \times M$	$0,5 \times M$
6	$0,375 \times M$	$0,625 \times M$
7	$0,25 \times M$	$0,75 \times M$
8	$0,125 \times M$	$0,875 \times M$
9	0	M

Calculer la concentration de l'élément à doser à l'aide de la formule:

$$c_E = \frac{M_A \times c_A + M_B \times c_B}{M_A + M_B}$$

où

M_A est la masse de A, en grammes;

c_A est la concentration en A, en grammes par centimètre cube;

M_B est la masse de B, en grammes;

c_B est la concentration en B, en grammes par centimètre cube.