
**Aciers et fontes — Dosage de l'azote —
Méthode par conductibilité thermique après
fusion sous gaz inerte (Méthode pratique)**

*Steel and iron — Determination of nitrogen content — Thermal
conductimetric method after fusion in a current of inert gas (Routine
method)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15351:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999>



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 15351:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999>

© ISO 1999

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 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1	Domaine d'application..... 1
2	Références normatives 1
3	Principe..... 2
4	Réactifs et matériaux..... 2
5	Appareillage 2
6	Échantillonnage 3
7	Mode opératoire..... 3
8	Expression des résultats 5
9	Rapport d'essai 6
Annexe A (informative)	Caractéristiques des fours à électrodes résistives et des analyseurs d'azote du commerce 7
Annexe B (informative)	Renseignements complémentaires relatifs aux essais coopératifs internationaux 9
Annexe C (informative)	Représentation graphique des données de fidélité 11

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999>
 (standards.iteh.ai)

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/du présent 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 15351 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, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 15351:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-3bd3fc5764c6/iso-15351-1999>

Aciers et fontes — Dosage de l'azote — Méthode par conductibilité thermique après fusion sous gaz inerte (Méthode pratique)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'azote dans les aciers et les fontes, par conductibilité thermique après fusion sous gaz inerte.

La méthode est applicable aux aciers et fontes avec des fractions massiques d'azote comprises entre 0,002 % et 0,6 %.

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 15351:1999

ISO Guide 31:1981, *Contenu des certificats des matériaux de référence.*

ISO Guide 35:1989, *Certification des matériaux de référence — Principes généraux et statistiques.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

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 10702:1993, *Acier et fonte — Dosage de l'azote — Méthode titrimétrique après distillation.*

ISO 10720:1997, *Aciers et fontes — Dosage de l'azote — Méthode par conductibilité thermique après fusion dans un courant de gaz inerte.*

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

3 Principe

Fusion d'une prise d'essai dans un creuset en graphite à usage unique sous hélium à une haute température (par exemple 2 200 °C). Extraction de l'azote présent sous forme d'azote moléculaire par entraînement sous un courant d'hélium.

Séparation de l'azote des autres gaz extraits et mesurage par conductibilité thermique.

La courbe d'étalonnage est établie sur la base de matériaux de référence certifiés (MRC), fontes ou aciers.

NOTE L'exactitude de la méthode dépend en grande partie de l'exactitude de la méthode utilisée pour certifier la teneur en azote des matériaux de référence certifiés, ainsi que de leur homogénéité. Il convient que les éprouvettes étalons soient ECRM, NIST, JK, JSS, CMSI et autres MRC nationaux ou internationaux.

4 Réactifs et matériaux

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

4.1 Eau, préparée juste avant l'emploi.

4.2 Hélium, de haute pureté, avec une fraction massique totale en impuretés de 0,000 5 %.

Un tube contenant un réactif d'oxydation ou catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine] chauffé à une température supérieure à 450 °C doit être placé avant l'unité de purification chaque fois que la présence de contaminants est suspectée dans l'hélium.

4.3 Oxyde de cuivre (II), sur support granulé.

4.4 Perchlorate de magnésium, $Mg(ClO_4)_2$ (désignation commerciale: anhydron), de granulométrie comprise entre 1,2 mm et 2,0 mm, ou sulfate de calcium anhydre (désignation commerciale: drierite), de granulométrie comprise entre 0,6 mm et 0,85 mm.

4.5 Hydroxyde de sodium, sur support granulé (désignation commerciale: ascarite). Granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm.

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

4.7 Matériaux de référence en acier ou en fonte (MR), dont une ou plusieurs des valeurs caractéristiques sont suffisamment homogènes (comme décrit dans le Guide 35 de l'ISO) et reconnues pour être utilisées pour étalonner un appareillage, valider la méthode de mesurage ou attribuer des valeurs aux matériaux.

4.8 Matériaux de référence certifiés en acier ou en fonte (CRM), matériaux de référence en acier ou en fonte (4.7), mais accompagnés d'un certificat conformément au Guide 31 de l'ISO, et dont une ou plusieurs des concentrations en éléments chimiques sont établies (conformément au Guide 35 de l'ISO) selon une méthode de référence (par exemple ISO 10702 ou ISO 10720) établissant le raccordement à l'unité dans laquelle les valeurs caractéristiques sont exprimées et pour laquelle chaque valeur certifiée est qualifiée par une valeur d'incertitude à un niveau de confiance établi.

5 Appareillage

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement 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 nécessaire à la fusion de la prise d'essai, à la séparation et au mesurage de l'azote extrait, 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'instrument.

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

5.1 Creuset en graphite, à usage unique.

Utiliser des creusets de haute pureté adaptés à l'appareillage.

5.2 Pinces à creusets, adaptées à la manipulation des creusets utilisés.

5.3 Filtres en laine de verre.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les risques entraînés par l'utilisation d'un appareillage réalisant la fusion d'une prise d'essai sont principalement des risques de brûlure. Il est donc nécessaire d'employer des pinces à creusets (5.2) et des récipients appropriés pour les creusets usagés.

7.1 Instructions générales (standards.iteh.ai)

Tenir les filtres en laine de verre (5.3) propres. À l'aide d'un matériau de référence certifié, vérifier l'efficacité des réactifs installés (4.3, 4.4 et 4.5) et les changer si nécessaire.

Pour certains instruments, il est nécessaire de nettoyer le tube d'introduction de l'échantillon dans le four après chaque analyse afin d'éliminer les dépôts de carbone. Lorsque l'alimentation électrique a été coupée durant une longue période, laisser le temps à l'instrument de se stabiliser, conformément aux instructions du fabricant.

Après avoir changé les filtres (5.3) et/ou les réactifs (4.3, 4.4 et 4.5), ou lorsque l'appareil n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'instrument en réalisant des analyses test dont les résultats ne seront pas pris en compte, puis procéder à l'étalonnage comme indiqué en 7.5 avant d'analyser l'échantillon.

Si l'instrument utilisé affiche directement le pourcentage d'azote, régler l'affichage de l'instrument comme suit en fonction de chaque gamme d'étalonnage.

Lire la teneur d'un matériau de référence certifié à haute teneur en azote à divers niveaux de sa puissance. La puissance calorifique requise pour la détermination des échantillons pour essai est celle à laquelle l'affichage se stabilise.

Pour la détermination d'un échantillon pour essai fortement allié, un matériau de référence certifié fortement allié doit être utilisé afin de connaître la puissance calorifique requise.

7.2 Prise d'essai

Dégraissier l'échantillon pour essai en le lavant à l'aide d'un solvant convenable (4.6). Évaporer les dernières traces de liquide de lavage en chauffant.

Peser, à 1 mg près, environ 1 g de l'échantillon pour des fractions massiques d'azote jusqu'à 0,1 % et environ 0,5 g pour des fractions massiques d'azote supérieures à 0,1 %.

NOTE La masse de la prise d'essai peut dépendre du type d'instrument utilisé.

7.3 Essai à blanc

Avant de procéder au dosage, réaliser à deux reprises les essais à blanc qui suivent.

Placer un creuset en graphite (5.1) dans le four (voir l'annexe A) puis dégazer en chauffant à plus de 2 200 °C. Mettre le four en fonctionnement selon les instructions du fabricant.

Noter la lecture des essais à blanc obtenue et la convertir en microgrammes d'azote à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.5).

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

NOTE Il est essentiel que ni la valeur moyenne de l'essai à blanc, ni la différence entre les deux valeurs de l'essai à blanc dépassent 10 µg d'azote. Si ces valeurs sont anormalement élevées, il convient de rechercher et d'éliminer la source de contamination.

7.4 Dosage

Placer un creuset en graphite (5.1) dans le four (voir l'annexe A) puis dégazer en chauffant à plus de 2 200 °C.

Introduire la prise d'essai (7.2) dans le creuset en graphite dégazé.

Mettre le four en fonctionnement selon les instructions du fabricant.

À la fin du cycle de fusion et de dosage, retirer le creuset, le jeter et consigner la mesure donnée par l'analyseur.

7.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.5.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

ISO 15351:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c916eb4-0f10-4022-8588-5022d7704c67/iso-15351-1999>

7.5.1.1 Sélection des matériaux de référence pour les fractions massiques d'azote inférieures ou égales à 0,1 %

Choisir cinq MRC (4.8) dont la matrice est aussi proche que possible de celle du matériau devant être mesuré et possédant des fractions massiques d'azote respectives d'environ 0,002 %, 0,01 %, 0,03 %, 0,05 % et 0,1 %. Les désigner respectivement comme étalons A, B, C, D et E.

7.5.1.2 Sélection des matériaux de référence pour les fractions massiques d'azote comprises entre 0,1 % et 0,5 %

Choisir trois MRC (4.8) dont la matrice est aussi proche que possible de celle du matériau devant être mesuré et possédant des fractions massiques d'azote respectives d'environ 0,1 %, 0,3 % et 0,5 %. Les désigner respectivement comme étalons AA, BB et CC.

7.5.2 Prise d'essai

Traiter les matériaux de référence comme indiqué en 7.2.

7.5.3 Essai à blanc

Effectuer l'essai à blanc comme indiqué en 7.3.

7.5.4 Mesurages

Traiter les échantillons pour étalonnage comme indiqué en 7.4.

7.5.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

Calculer la valeur nette en soustrayant la lecture de l'essai à blanc de la lecture obtenue pour chacun des termes de la gamme d'étalonnage.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant sur le graphique la valeur nette en fonction de la masse d'azote en microgrammes pour chaque terme de la gamme d'étalonnage.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Convertir la mesure donnée par l'analyseur pour la prise d'essai en microgrammes d'azote (m_0) à l'aide de la courbe d'étalonnage (voir 7.5).

La fraction massique d'azote, w_N , en pour cent, est donnée par l'équation suivante:

$$w_N = \frac{(m_0 - m_1)}{m \times 10^6} \times 100$$

$$= \frac{(m_0 - m_1)}{10^4 m}$$

où

m_0 est la masse d'azote dans la prise d'essai, en microgrammes;

m_1 est la masse d'azote dans l'essai à blanc (voir 7.3), en microgrammes;

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

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 23 laboratoires répartis dans dix pays, à 14 niveaux de teneur en azote, chaque laboratoire effectuant trois déterminations (voir les notes 1 et 2) des teneurs en azote à chaque niveau.

NOTE 1 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 2 Le troisième dosage a été réalisé à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 1, avec le même appareillage mais avec un nouvel étalonnage.

Les échantillons pour essai utilisés, de même que les résultats moyens ou les résultats de fidélité obtenus, sont indiqués dans les Tableaux B.1 et B.2 respectivement.

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

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en azote et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir la note 3) comme résumé dans le Tableau 1. La représentation graphique des données est montrée à la Figure C.1.

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