
Acier non allié — Détermination des faibles teneurs en carbone —

Partie 3:

Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four électrique à résistances (avec préchauffage)

Unalloyed steel — Determination of low carbon content —

Part 3: Infrared absorption method after combustion in an electric resistance furnace (with preheating)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c4a6115-a004-4461-82ee-aea2689de00d/iso-tr-15349-3-1998>



Sommaire	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage et préparation des échantillons pour essai.....	3
7 Mode opératoire	4
8 Expression des résultats	7
Annexe A (informative) Caractéristiques des fours électriques à résistances et des analyseurs de carbone par infrarouge du commerce.....	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c4a6115-a004-4461-82ee-aea2689de00d/iso-tr-15349-3-1998>

© ISO 1998

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques de type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies de soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 15349-3, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Le présent document est publié dans la série des Rapports techniques de type 2 (conformément au paragraphe G.3.2.2 de la partie 1 des Directives ISO/CEI, 1995) comme «norme prospective d'application provisoire» dans le domaine du dosage du carbone dans l'acier en raison de l'urgence d'avoir une indication quant à la manière dont il convient d'utiliser les normes dans ce domaine pour répondre à un besoin déterminé.

Ce document ne doit pas être considéré comme une «Norme internationale». Il est proposé pour une mise en œuvre provisoire, dans le but de recueillir des informations et d'acquérir de l'expérience quant à son application dans la pratique. Il est de règle d'envoyer les observations éventuelles relatives au contenu de ce document au Secrétariat central de l'ISO.

Il sera procédé à un nouvel examen de ce Rapport technique de type 2 trois ans au plus tard après sa publication, avec la faculté d'en prolonger la validité pendant trois autres années, de le transformer en Norme internationale ou de l'annuler.

L'ISO 15349 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Acier non allié — Détermination des faibles teneurs en carbone*:

- *Partie 1: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four électrique à résistances (par séparation de pics)*
- *Partie 2: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction (avec préchauffage)*

— *Partie 3: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four électrique à résistances (avec préchauffage)*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO/TR 15349 est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 15349-3:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c4a6115-a004-4461-82ee-aea2689de00d/iso-tr-15349-3-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c4a6115-a004-4461-82ee-aea2689de00d/iso-tr-15349-3-1998>

Acier non allié — Détermination des faibles teneurs en carbone —

Partie 3:

Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four électrique à résistances (avec préchauffage)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15349 spécifie une méthode de détermination des faibles teneurs en carbone dans l'acier non allié par absorption dans l'infrarouge, après préchauffage et combustion dans un four électrique à résistances.

La méthode est applicable aux teneurs en carbone comprises entre 0,000 3 % (*m/m*) et 0,010 % (*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 partie de l'ISO 15349. 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 partie de l'ISO 15349 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 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 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

ISO/TR 15349-1:1998, *Acier non allié — Détermination des faibles teneurs en carbone — Partie 1: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four électrique à résistances (par séparation de pics).*

ISO 15349-2:—¹⁾, *Acier non allié — Détermination des faibles teneurs en carbone — Partie 2: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction (avec préchauffage).*

3 Principe

Préchauffage d'une prise d'essai à faible température et combustion de la prise d'essai à haute température dans un four électrique à résistances dans un courant d'oxygène pur en présence d'un accélérateur. Transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou monoxyde de carbone.

Mesure de l'absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone ou du dioxyde de carbone/monoxyde de carbone formés à partir de l'acier et entraînés sous un courant d'oxygène pur.

1) À publier.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, 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, exempt de dioxyde de carbone.

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

4.2 Oxygène, 99,95 % (m/m) minimum.

Si l'on soupçonne l'oxygène de contenir des polluants organiques on doit, avant de l'envoyer dans un appareil de purification, le faire passer dans un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine] chauffé à une température supérieure à 450 °C.

4.3 Solvant convenable, approprié au nettoyage des échantillons pour essai gras ou sales, par exemple acétone.

4.4 Accélérateur, plaque de cuivre (voir note 1) ou étain en granules (voir note 2) à très faible teneur en carbone connue et inférieure à 0,000 1 % (m/m).

NOTE 1 Il convient d'utiliser les plaques de cuivre (environ 0,1 g par plaque) après le traitement suivant: chauffer la plaque de cuivre à une température comprise entre 450 °C et 600 °C pendant 10 min dans un courant d'oxygène et laisser refroidir dans un dessiccateur à rodage sans graisse. Ce traitement doit être appliqué juste avant l'emploi.

NOTE 2 Il convient d'utiliser les granules d'étain après le traitement suivant: laver les granules d'étain dans de l'acide chlorhydrique (ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 1) pendant 5 min à l'aide d'un appareil de lavage à ultrasons, puis les laver soigneusement avec de l'eau et les sécher. Les conserver dans un flacon en verre propre muni d'un bouchon à l'émeri.

4.5 Produits étalons

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c4a6115-a004-4461-82ee-aea2689de00d/iso-tr-15349-3-1998>

4.5.1 Saccharose, solution étalon

Peser, à 0,1 mg près, les masses de saccharose (qualité analytique) indiquées dans le tableau 1, préalablement séchées à une température comprise entre 100 °C et 105 °C pendant 2,5 h et refroidies dans un dessiccateur, et les transvaser dans chacun des sept béchers de 100 ml.

Mettre en solution dans 30 ml d'eau (4.1), transvaser quantitativement dans chacune des sept fioles jaugées de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.

Tableau 1 — Série de solutions étalons de saccharose

Numéro de référence de la solution étalon	Masse de saccharose g	Masse correspondante de carbone ajouté µg	Teneur en carbone dans 1 g de prise d'essai % (m/m)
1	0 1)	0	0
2	0,010 0	4,21	0,000 42
3	0,025 0	10,53	0,001 05
4	0,060 0	25,26	0,002 53
5	0,120 0	50,53	0,005 05
6	0,180 0	75,79	0,007 58
7	0,240 0	101,1	0,010 11

1) Terme zéro.

4.5.2 Carbonate de calcium

Sécher le carbonate de calcium [titre minimal: 99,9 %(*m/m*)] à une température de 180 °C pendant 1 heure et refroidir dans un dessiccateur avant l'emploi.

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

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

5 Appareillage

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des appareillages courants de laboratoire.

Toute la verrerie de laboratoire doit être de classe A, conformément à l'ISO 1042.

L'appareillage requis pour la combustion dans un four électrique à résistances et l'appareil de mesure par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone extraits à partir de l'acier, peuvent être des appareils du commerce, tels que l'Analyseur de traces de carbone, modèle EMIA — U610, HORIBA LTD²⁾.

Suivre les instructions d'emploi du fabricant.

5.1 Coupelle en céramique, 80 mm × 13,5 mm × 10 mm

Enflammer la coupelle en céramique dans un four électrique à résistances dans un courant d'oxygène pendant au moins 2 h à une température de 1 200 °C et la conserver dans un dessiccateur à rodage sans graisse.

Juste avant l'emploi, enflammer la coupelle en céramique à une température de 1 300 °C pendant plusieurs minutes et utiliser la coupelle chaude.

5.2 Coupelle en quartz, 30 mm × 9 mm × 8 mm

Laver la coupelle en quartz dans la solution de lavage [mélanger neuf volumes d'acide nitrique (ρ environ 1,40 g/ml, dilué 1 + 6) et un volume de peroxyde d'hydrogène (30 % V/V)] pendant une durée de 2 h à 3 h, la laver soigneusement avec de l'eau et la sécher. Conserver dans un dessiccateur sans aucune graisse.

Juste avant l'emploi, placer la coupelle en quartz sur la coupelle en céramique, et l'enflammer à une température de 1 200 °C pendant 10 min et laisser refroidir dans un dessiccateur sans aucune graisse.

5.3 Micropipette, de 100 μ l, la limite d'erreur doit être inférieure à 1 μ l.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons pour essai

L'échantillonnage et la préparation des échantillons doivent être effectués conformément à l'ISO 14284.

Préparer des fragments de l'échantillon pour essai de dimension comprise entre 0,75 mm et 2,0 mm.

²⁾ EMIA — U610, est l'appellation commerciale d'un produit distribué par HORIBA LTD. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO/TR 15349 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

7 Mode opératoire

ATTENTION — Les risques entraînés par une analyse avec combustion sont principalement des risques de brûlure lors de la préinflammation des coupelles en céramique et lors de la combustion. Utiliser toujours des pinces à coupelle et des récipients appropriés pour les coupelles usagées. Observer les précautions normales pour manipuler les bouteilles à oxygène. L'oxygène issu de la combustion doit être éliminé efficacement de l'appareillage, dans la mesure où une concentration élevée d'oxygène dans un espace confiné peut engendrer des risques d'incendie.

7.1 Préparation de l'appareillage

Chauffer le four à combustion à une température de 1 300 °C.

Après avoir vérifié avec un thermocouple que la température la plus élevée (supérieure à 1 200 °C) est le centre de la zone de chauffage dans le tube de combustion, mesurer la distance entre l'orifice du tube de combustion et le centre de la zone de chauffage, L , en millimètres. Préparer deux tiges rigides en nickel. Fixer le bouchon d'une tige rigide en nickel, A, à une distance de l'extrémité de la barre égale à $[L - (\text{la longueur de la coupelle en céramique utilisée})/2]$. Ceci permet de positionner la coupelle en céramique contenant la prise d'essai ou le carbonate de calcium (voir note ci-dessous et figure 1).

NOTE 1 Par exemple, pour le modèle EMIA — U610, L est égale à 290 mm et la longueur de la coupelle est de 80 mm. Dans ce cas, le bouchon est situé à 250 mm de l'extrémité de la barre.

Fixer le bouchon d'une autre tige rigide en nickel, B, à une distance de l'extrémité de la barre égale à $[L - (\text{la longueur de la coupelle en céramique utilisée})]$. Ceci permet de positionner la coupelle en céramique contenant la saccharose (voir note ci-dessous et figure 1).

NOTE 2 Par exemple, pour le modèle EMIA — U610, L est égale à 290 mm et la longueur de la coupelle est de 80 mm. Dans ce cas, le bouchon est situé à 210 mm de l'extrémité de la barre.

Purifier l'alimentation en oxygène en faisant circuler ce gaz dans deux tubes garnis, l'un de céramique inerte (4.7) (attapulгите) imprégnée d'hydroxyde de sodium et l'autre de perchlorate de magnésium (4.6), et maintenir un débit suffisant entre deux analyses. Maintenir un filtre en laine de verre. Le nettoyer et le changer chaque fois que cela s'avère nécessaire.

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

Après changement des filtres ou lorsque le matériel n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'appareillage en faisant brûler plusieurs échantillons analogues aux échantillons à doser avant de procéder réellement à l'analyse.

Balayer l'appareillage par un courant d'oxygène et effectuer les réglages nécessaires à l'obtention du zéro.

Si l'appareil utilisé fournit une lecture directe en pourcentage de la teneur en carbone, régler comme suit les lectures de l'appareil sur chaque plage d'étalonnage.

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

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

Ce réglage doit être réalisé avant l'étalonnage décrit en 7.5. Il ne peut remplacer ou rectifier l'étalonnage.

7.2 Prise d'essai

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

Peser, à 0,1 mg près, un échantillon pour essai de 1,0 g environ.

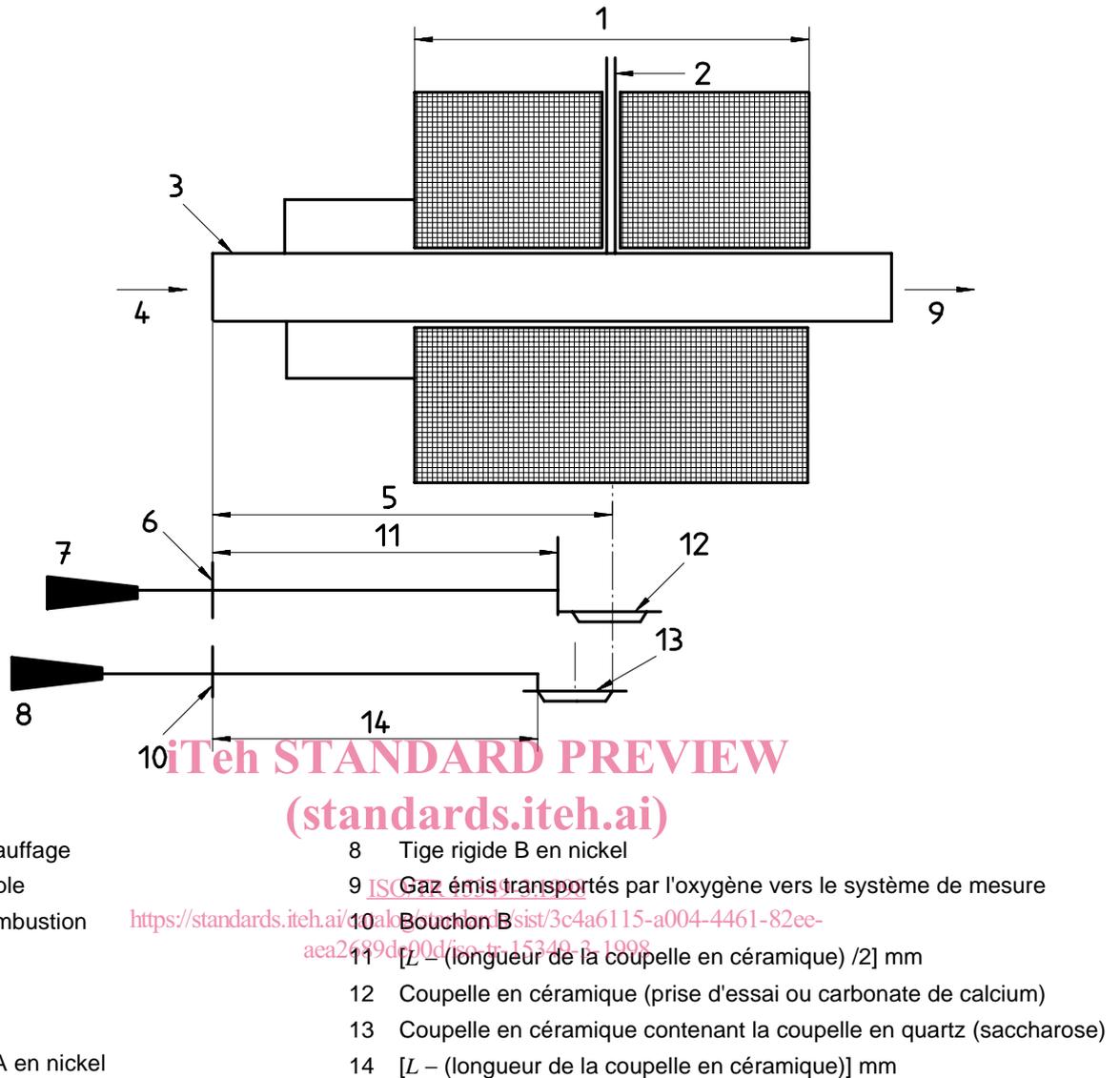


Figure 1 — Four à combustion

7.3 Essai à blanc

Avant la détermination, effectuer en double les essais à blanc suivants.

Ajouter une quantité de 0,50 g des accélérateurs (4.4) à la coupelle en céramique.

Traiter la coupelle et son contenu comme décrit dans les deuxième et troisième alinéas de 7.4.

Relever la lecture des essais à blanc et convertir ces valeurs en microgrammes, à 0,1 μg près, de carbone à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.5).

La valeur moyenne de l'essai à blanc est calculée d'après les deux valeurs de l'essai à blanc, à 0,1 μg près.

La valeur moyenne de l'essai à blanc et la différence entre les deux valeurs des essais à blanc ne doivent pas dépasser 1,0 μg de carbone. Si ces valeurs sont anormalement élevées, rechercher la source de pollution et l'éliminer.