

NORME
INTERNATIONALE

ISO
377-2

Première édition
1989-12-01

**Prélèvement et préparation des échantillons et
éprouvettes en aciers corroyés —**

Partie 2:

Échantillons pour la détermination de la composition
chimique

*Selection and preparation of samples and test pieces of wrought steels —
Part 2: Samples for the determination of the chemical composition*



Numéro de référence
ISO 377-2 : 1989 (F)

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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 377-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

L'ISO 377 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés*:

- *Partie 1: Échantillons et éprouvettes pour essais mécaniques*
- *Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique*

L'annexe A est donnée uniquement à titre d'information.

Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés —

Partie 2:

Échantillons pour la détermination de la composition chimique

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 377 prescrit l'ensemble des opérations permettant d'obtenir, à partir d'un produit donné, les échantillons destinés à la détermination de la composition chimique. Le dosage de l'hydrogène est exclu.

Ces échantillons sont utilisables, sauf accord contraire spécifié dans la commande, pour des essais réalisés par les méthodes indiquées dans la norme de produit, ou en l'absence de celle-ci, dans la norme de méthode d'essai. Dans un but de comparaison avec une spécification, l'échantillon représente une composition moyenne.

Il existe deux groupes de méthodes permettant de déterminer la composition chimique :

- a) les méthodes qui soumettent l'échantillon à une réaction chimique et qui sont appelées méthodes chimiques (voir chapitre 5) ;
- b) les méthodes qui dosent les éléments constitutifs sans réaction chimique et qui sont appelées méthodes physiques (voir chapitre 6).

1.2 La présente partie de l'ISO 377 s'applique aux produits bruts¹⁾, aux demi-produits et aux produits finis en acier corroyé traités dans l'ISO 404 et ne s'applique pas aux échantillons au stade de fusion ou de raffinage dans une production.

Si les normes de produits ou les normes de méthodes d'essai spécifient des conditions différentes, ce sont ces conditions qui prévalent.

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 377. 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 377 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 : 1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 1: Échantillons et éprouvettes pour essais mécaniques.*

ISO 404 : 1981, *Acier et produits sidérurgiques — Conditions générales techniques de livraison.*

3 Définitions

NOTE — Les équivalences des termes anglais, français et russes sont données en annexe A. Les termes sont illustrés à la figure A.1.

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 377, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 produit échantillon: Article (par exemple: tôle) prélevé dans un lot de fourniture pour confectionner des prises d'essai.

3.2 échantillon: Quantité de matière solide prélevée sur un produit échantillon pour préparer des produits échantillons pour analyse (voir 3.3).

3.3 échantillon pour analyse: Quantité de matière prélevée sur un échantillon ou directement sur le produit de manière à représenter la composition chimique moyenne du produit.

1) Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 377, on entend par « produit brut » non seulement les lingots, mais aussi les produits issus de coulée continue pour transformation ultérieure en blooms, billettes, brames et produits de toute autre section.

On distingue les catégories suivantes :

- échantillons sous forme de copeaux (voir article 5);
- échantillons massifs (voir 6.1);
- échantillons compactés (voir 6.3);
- échantillons refondus (voir 6.4).

3.4 prise d'essai: Partie de l'échantillon pour analyse ou l'échantillon soumis lui-même à l'analyse.

4 Prélèvement et préparation des échantillons

4.1 Emplacement et dimensions des échantillons

Les échantillons doivent être prélevés à l'endroit indiqué dans la norme de produit.

En l'absence de prescription dans la norme de produit, ou de spécification dans la commande, les échantillons pour analyse devront être prélevés sur les échantillons ou éprouvettes pour essais mécaniques (voir l'ISO 377-1, 5.1) ou directement sur le produit. Dans ce dernier cas, et pour les produits laminés, le prélèvement doit s'effectuer sur une section ou une demi-section transversale, à angles droits du sens de travail principal et à une extrémité du produit.

Les dimensions des échantillons doivent être suffisantes pour permettre d'exécuter les contre-essais éventuels.

4.2 Identification des échantillons

Les échantillons doivent être munis des repères d'identification jugés obligatoires ou nécessaires pour reconnaître le produit dont ils sont issus et leur emplacement dans ce produit.

4.3 Préparation de la surface de l'échantillon

Les revêtements de la surface et les contaminants éventuels tels qu'oxyde, peinture ou graisse, doivent être éliminés par des moyens appropriés. Cette opération doit au besoin être complétée par un dégraissage au solvant.

Lorsque les produits sont susceptibles d'altération de la composition en surface, il peut être convenu d'éliminer des échantillons la partie correspondant à cette altération.

Une fois ces opérations effectuées, l'échantillon doit être protégé contre la contamination.

4.4 Conservation des échantillons pour analyse

Les échantillons doivent être conservés à l'abri de toute contamination ou altération dans des récipients absolument secs, en matériau chimiquement inerte, extrêmement résistant à l'abrasion par l'acier.

Les récipients doivent être pourvus de marques nécessaires et scellés si besoin est. Les récipients à utiliser en cas d'arbitrage doivent être scellés par le producteur et par les utilisateurs ou leurs représentants.

Sauf accord contraire, ces récipients doivent être conservés par la partie responsable du prélèvement des échantillons.

5 Prélèvement et préparation des échantillons pour analyse se présentant sous forme de copeaux pour déterminer la composition chimique par des méthodes d'analyse chimique

5.1 Usinage ou découpage

Les outils, machines ou récipients utilisés durant la préparation de échantillons doivent être nettoyés préalablement pour éviter de contaminer l'échantillon pour analyse.

Si le prélèvement concerne toute la section transversale, on peut procéder par rabotage, fraisage, tournage ou découpage.

Si le prélèvement est effectué sur une partie seulement de la section transversale ou en des endroits spécifiés, procéder, selon le cas, par perçage ou par l'une des opérations ci-dessus.

Il n'est permis d'utiliser des lubrifiants ou des réfrigérants que dans des cas exceptionnels. Dans ce cas, les copeaux doivent être nettoyés par des solvants appropriés ne laissant pas de dépôt.

L'usinage doit avoir lieu de manière à ne pas oxyder les copeaux par surchauffe. La coloration inévitable des copeaux de certains aciers au manganèse ou austénitiques sous l'effet de la chaleur de l'usinage doit être réduite au maximum par le choix d'outils et de vitesses de coupe appropriés.

Le prélèvement doit être effectué de manière à donner des copeaux suffisamment minces pour minimiser la fragmentation subsidiaire requise pour préparer l'échantillon pour analyse (voir 5.2.1, deuxième alinéa).

En règle générale, la taille des copeaux doit correspondre à une masse de 2,5 mg à 25 mg par copeau.

Pour les aciers non alliés et faiblement alliés, ils doivent avoir environ 10 mg et pour les aciers fortement alliés environ 2,5 mg.

Pour les aciers contenant du carbone non combiné, les copeaux doivent être aussi massifs et compacts que possible (environ 100 mg) pour ne pas s'écraser ou perdre du carbone. Les échantillons prélevés par usinage ne sont pas propres au dosage de l'oxygène.

5.2 Fragmentation et tamisage

5.2.1 Fragmentation

Si le nombre de copeaux obtenus suivant les indications de 5.1 est insuffisant, il faut procéder à une fragmentation à l'aide d'un concasseur approprié. Comme pour l'usinage, le concasseur doit être nettoyé au préalable.

Si une fragmentation n'est pas possible, on procédera par découpage approprié.

5.2.2 Tamisage

Si le tamisage est nécessaire pour obtenir un échantillon représentatif, tout l'échantillon doit passer par un tamis dont l'ouverture de maille est 2,5 mm.

Les particules refusées sur le tamis doivent être rebroyées jusqu'à tamisage complet.

Si l'échantillon renferme de la poussière, c'est-à-dire des copeaux passant au travers d'un tamis d'ouverture de maille égale à 0,050 mm, cette poussière doit être tamisée et les deux fractions ainsi obtenues doivent être pesées. La prise d'essai doit être constituée de deux parties proportionnelles à ces fractions.

Pour le dosage du carbone, il faut que la totalité de l'échantillon passe au travers d'un tamis dont l'ouverture de maille est 2,5 mm.

Pour le dosage de l'azote, il faut usiner de façon que le nombre de fragments individuels de moins de 0,050 mm soit aussi faible que possible.

Les opérations de tamisage doivent intervenir avec le plus de précautions possibles quant aux contaminations, altérations ou pertes possibles de matière.

5.3 Masse de l'échantillon pour analyse

L'échantillon pour analyse doit être préparé en masse suffisante pour répondre aux besoins d'une analyse supplémentaire. La quantité de matière à échantillonner doit être obtenue par pesée. En général, une masse d'environ 100 g est suffisante.

5.4 Conservation des échantillons pour analyse

Observer les prescriptions de 4.4.

Il est permis de conserver les échantillons pour analyse sous forme massive et de ne préparer les copeaux qu'au fur et à mesure des besoins.

6 Prélèvement et préparation des échantillons massifs, compactés ou refondus pour la détermination de la composition chimique par des méthodes physiques d'analyse

(Spectrométrie d'émission optique dans le spectre visible et ultraviolet, spectrométrie de fluorescence des rayons X, spectrométrie de masse, etc.).

Suivant les prescriptions de la norme de produit ou les accords passés entre les parties, on peut utiliser

- a) un échantillon massif, ou
- b) un échantillon compacté ou refondu.

NOTE — Les nuances d'acier ne peuvent pas être toutes compactées ou refondues.

1) Par un procédé de soudage autogène à l'arc TIG.

2) 1 MPa = 1 N/mm² = 10 bar

La partie effectivement analysée ne représente qu'un faible volume de l'échantillon pour analyse. Ce volume doit être compatible avec la méthode d'analyse.

6.1 Échantillon massif

L'échantillon massif doit être obtenu par découpage sur l'échantillon d'une pièce qui peut être placée soit sur une table d'échantillonnage, soit dans le porte-échantillon d'un appareil d'analyse.

Le découpage peut s'effectuer à la scie, par des moyens abrasifs, par cisailage ou par estampage.

La surface doit être usinée par meulage, rectification ou à l'aide de papier abrasif donnant la qualité de surface requise par la méthode d'analyse utilisée. Pour doser le silicium par spectrométrie de fluorescence des rayons X ou par spectrométrie d'émission, utiliser un abrasif à base d'alumine. Pour doser l'aluminium par spectrométrie de fluorescence des rayons X ou spectrométrie d'émission, utiliser un abrasif au silicium. Pour doser le carbone par spectrométrie d'émission, utiliser un abrasif à base d'oxyde.

En l'absence d'indication dans la norme de produit, l'analyse doit être effectuée sur la partie de l'échantillon correspondant à la section transversale du produit, si l'échantillon a une épaisseur suffisante.

6.2 Échantillon massif d'épaisseur inférieure à 1,5 mm

Dans les méthodes physiques procédant par passage d'arc ou d'étincelles entre l'échantillon massif et une contre-électrode (spectrométrie d'émission optique dans le spectre visible et ultraviolet, spectrométrie de masse), on observe un échauffement de l'échantillon. Plus l'échantillon est mince, et plus l'échauffement local est important.

Pour les échantillons massifs d'épaisseur inférieure à 1,5 mm, il peut être nécessaire d'adopter des techniques spéciales réduisant l'échauffement local pendant le passage d'étincelles. On peut ainsi souder par des moyens électriques¹⁾ les rives de l'échantillon massif à un petit bloc d'acier, ou noyer l'échantillon massif dans de l'étain en ne laissant nue qu'une seule surface.

On procède ensuite aux opérations de traitement de surface décrites en 6.1.

6.3 Échantillon compacté

La préparation des copeaux doit se faire de la même manière et dans les mêmes conditions que pour les échantillons pour analyse par les méthodes chimiques (voir 5.1 et 5.2).

On place dans un anneau métallique d'environ 25 mm de diamètre intérieur environ 10 g de copeaux fins de forme régulière. L'anneau est placé sur un support en acier massif, parfaitement plat en surface. À l'aide d'une presse et d'un piston qui s'ajuste facilement dans l'anneau sans beaucoup de frottement, on comprime les copeaux sous une charge d'au moins 1 800 MPa²⁾.

On prépare ensuite la surface de l'ensemble échantillon/anneau compacté de la manière décrite en 6.1 et on soumet le tout tel quel à l'analyse par des méthodes physiques.

La qualité de la surface soumise à l'analyse dépend, dans une certaine mesure, des dimensions et de la forme des copeaux. Éviter les copeaux très fins qui passent à travers les mailles d'un tamis d'ouverture inférieure à 0,80 mm.

Les courbes d'étalonnage de l'appareil d'analyse peuvent être tracées à partir des résultats obtenus sur les échantillons compactés.

6.4 Échantillon refondu

Les copeaux, échantillons massifs ou petits morceaux d'acier peuvent être refondus sous atmosphère inerte dans un appareil

de fusion spécial du type four à haute fréquence ou à arc à argon, pour les transformer en éprouvettes utilisables en analyse spectrale.

Il est nécessaire de connaître d'un point de vue quantitatif toutes les modifications de nature chimique intervenant durant la fusion et de vérifier qu'elles n'affectent pas de manière significative les résultats d'essai.

NOTE — Pour réduire au maximum les modifications de composition chimique pendant la fusion, on ajoute fréquemment 0,05 g de zirconium qui agit comme désoxydant et l'on étalonne l'appareil sur des échantillons standards refondus.

Annexe A (informative)

Glossaire des termes relatifs aux échantillons pour détermination de la composition chimique

Anglais	Français	Russe	Paragraphe
Sample product	Produit échantillon	Образец-продукт	3.1
Sample	Échantillon	Образец	3.2
Sample for analysis	Échantillon pour analyse	Образец для анализа	3.3
Test portion	Prise d'essai	Взвешенный и отборенный образец	3.4
Solid sample	Échantillon massif	Твердый образец	6.1
Compacted sample	Échantillon compacté	Сжатый образец	6.3
Remelted sample	Échantillon refondu	Переплавленный образец	6.4

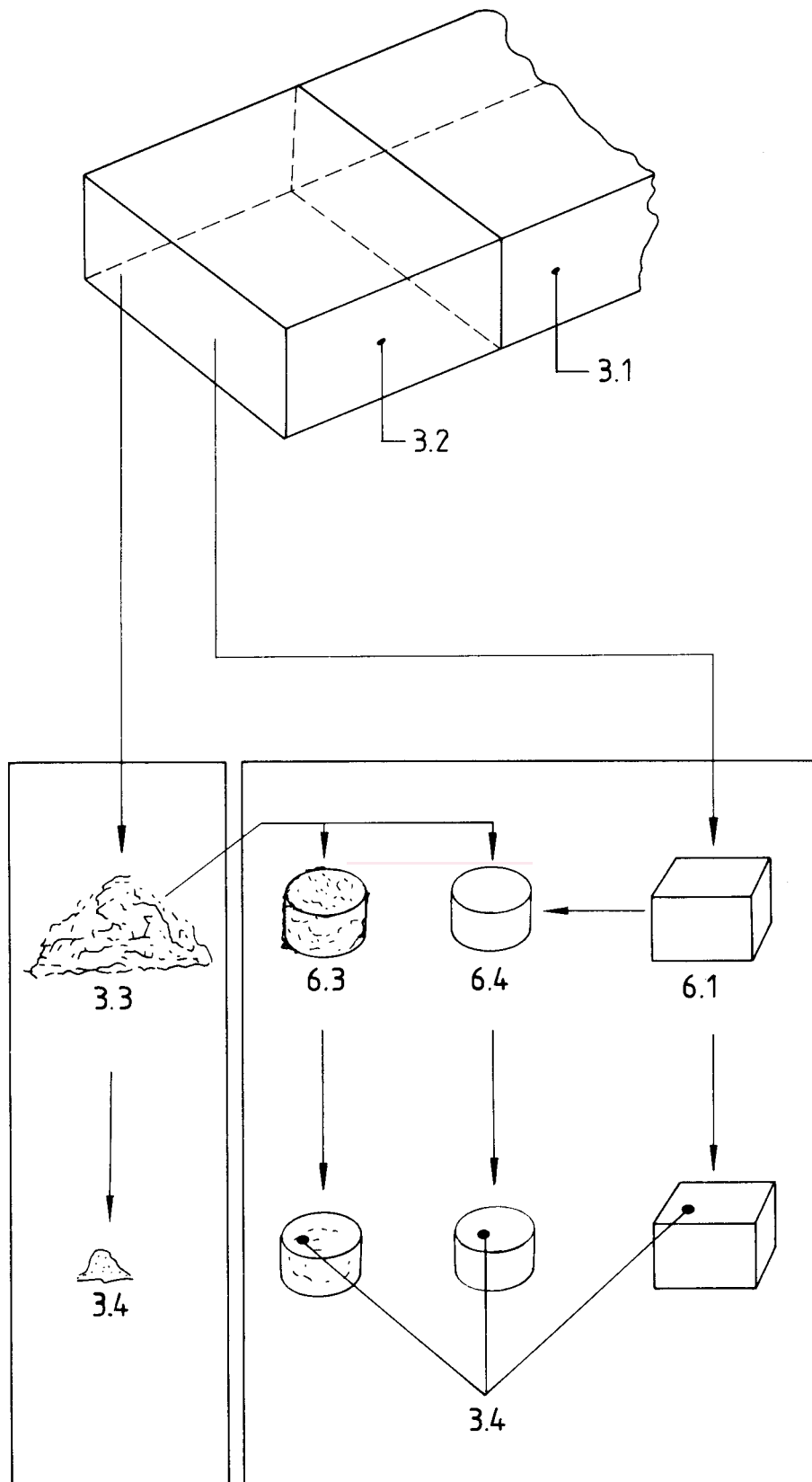


Figure A.1 – Diverses méthodes de préparation des échantillons

(les références numériques se rapportent aux paragraphes appropriés dans le texte)

