
**Ferronickels — Détermination de
la teneur en soufre — Méthode par
absorption dans l'infrarouge après
combustion dans un four à induction**

*Ferronickels — Determination of sulfur content — Infrared
absorption method after induction furnace combustion*

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai>)

Document Preview

[ISO 7526:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7bcc4098-cf13-43be-810e-d7a594b922be/iso-7526-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7bcc4098-cf13-43be-810e-d7a594b922be/iso-7526-2020>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 7526:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7bcc4098-cf13-43be-810e-d7a594b922be/iso-7526-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7bcc4098-cf13-43be-810e-d7a594b922be/iso-7526-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Prélèvement et préparation des échantillons	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Préparation et stabilisation de l'appareillage.....	4
8.2 Essai à blanc et réglage du zéro.....	4
8.2.1 Teneurs en soufre $\leq 0,05$ %.....	4
8.2.2 Teneurs en soufre $> 0,05$ %.....	5
8.3 Étalonnage.....	5
8.4 Détermination.....	5
9 Expression des résultats	6
9.1 Calcul.....	6
9.2 Fidélité.....	6
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Caractéristiques des fours à induction haute fréquence et des analyseurs de soufre à infrarouge disponibles dans le commerce	10
Annexe B (informative) Composition des échantillons utilisés pour l'essai de fidélité de validation	12
Annexe C (informative) Représentation graphique des données de fidélité	13
Bibliographie	14

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, en collaboration avec le comité technique CEN/SS M14, *Nickel*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 7526:1985), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le Domaine d'application a été limité aux ferronickels uniquement;
- les [Articles 5](#) et [7](#) de la version précédente ont fait l'objet d'une révision technique;
- les [Annexes A](#) et [C](#) de la version précédente ont été supprimées;
- les données de fidélité ont été mises à jour.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Ferronickels — Détermination de la teneur en soufre — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction, pour la détermination du soufre à des teneurs comprises entre 0,002 % et 0,12 % dans les ferronickels.

La méthode est applicable aux opérations de production normales. Elle utilise un appareillage disponible sur le marché, étalonné au moyen de matériaux de référence certifiés (MRC) en acier et/ou ferronickel.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7bcc4098-cf13-43be-810e-d7a594b922be/iso-7526-2020>

4 Principe

Combustion d'une prise d'essai dans un four à induction à haute fréquence porté à haute température, sous un courant d'oxygène pur et en présence d'accélérateurs et de fondants.

Transformation du soufre en dioxyde de soufre.

Mesurage par absorption dans l'infrarouge, du dioxyde de soufre transporté par le courant d'oxygène.

5 Réactifs

Pendant l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Oxygène, de haute pureté (fraction massique minimale 99,5 %).

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

5.2 Céramique inerte (attapulgite), imprégnée d'hydroxyde de sodium et ayant une granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm, pour l'absorption du dioxyde de carbone.

5.3 Perchlorate de magnésium [Mg(ClO₄)₂], ayant une granulométrie comprise entre 0,7 mm et 1,2 mm, pour l'absorption de l'humidité.

5.4 Laine de verre.

5.5 Fondants et accélérateurs.

5.5.1 Généralités

L'ajout d'un fondant a pour effet de lier les petites particules afin de rendre le couplage avec le four plus efficace et aide à fluidifier la masse fondue.

L'ajout d'un accélérateur permet:

- a) un bon couplage pour le chauffage par induction d'échantillons ne possédant pas de qualités satisfaisantes à cet égard (échantillons finement divisés, matériaux de composition complexe);
- b) une température de combustion plus élevée;
- c) une augmentation de la masse de matière dans le creuset, lorsque les prises d'essai sont faibles.

Tout fondant ou accélérateur doit avoir une faible teneur en soufre et doit être utilisé dans le mode opératoire d'étalonnage. La valeur totale de l'essai à blanc regroupant toutes les sources (oxygène, réfractaires, fondant et accélérateur) ne doit pas dépasser une teneur en soufre de 0,000 5 % (fraction massique).

Certains matériaux agissent à la fois comme fondant et comme accélérateur.

5.5.2 Fondants

Les fondants courants sont l'étain, le cuivre plus étain, le cuivre ou le pentoxyde de vanadium.

5.5.3 Accélérateurs

Les accélérateurs courants sont le cuivre, le fer, le tungstène ou le nickel.

5.6 Matériaux de référence certifiés (MRC) en acier et/ou ferronickel, de teneur en soufre comprise entre 0,001 % et 0,15 % (fraction massique).

Tous les matériaux de référence utilisés pour l'étalonnage doivent être certifiés par des organismes reconnus à l'échelle internationale. La préférence doit aller aux matériaux certifiés à l'aide de méthodes de référence telles que l'ISO 4934, l'ISO 4935, l'ISO 10701 et l'ISO 13902, raccordés aux unités SI par opposition à ceux basés sur d'autres matériaux de référence certifiés.

6 Appareillage

Matériel de laboratoire courant et, plus particulièrement, le matériel suivant.

6.1 Analyseur de soufre.

6.1.1 L'appareillage requis pour la combustion dans un four à induction haute fréquence et le mesurage subséquent de l'absorption dans l'infrarouge du dioxyde de soufre formé peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants.

Suivre les instructions du fabricant pour l'utilisation de l'appareillage. Un régulateur de pression est nécessaire pour contrôler l'arrivée de l'oxygène dans le four à une pression conforme aux spécifications du fabricant.

6.1.2 Purifier l'alimentation en oxygène en faisant circuler ce gaz à travers les tubes garnis de céramique inerte (5.2) et de perchlorate de magnésium (5.3) et maintenir un débit d'environ 0,5 l/min en mode veille.

6.1.3 Placer un filtre en laine de verre (5.4) entre la chambre du four et l'analyseur et le changer lorsque cela s'avère nécessaire. Il convient de nettoyer fréquemment la chambre du four, le piédestal et le piège du filtre pour retirer les résidus d'oxyde.

6.1.4 Le fabricant peut recommander un réglage de l'unité de programmation donnant une période de préchauffage avant l'envoi d'oxygène dans la chambre du four. Il convient que la prise d'essai soit chauffée au rouge pendant cette période de préchauffage. Lorsque l'oxygène est introduit pour la combustion proprement dite, la température augmente de façon substantielle.

6.1.5 La température atteinte au cours de la combustion dépend du four, ainsi que du type et de la quantité de métal dans le creuset. Maintenir une température élevée (>1 700 °C) après la fusion de la prise d'essai de manière à assurer un transfert total du dioxyde de soufre du four vers l'analyseur à l'infrarouge.

6.1.6 Le débit d'oxygène peut varier d'un instrument à un autre, mais il est généralement de 2,0 l/min environ pendant la période de combustion.

6.1.7 Lorsque l'équipement n'a pas fonctionné pendant quelques heures ou après nettoyage de la chambre du four ou des filtres, il convient de stabiliser l'instrument comme décrit en 8.1.

NOTE Les caractéristiques des équipements vendus dans le commerce figurent en [Annexe A](#).

6.2 Creusets en céramique et couvercles.

Des creusets en céramique, contenant l'échantillon ainsi que les ajouts qui peuvent être nécessaires, sont requis pour la combustion. Ils doivent être de dimensions précises pour le système et s'adapter au piédestal du four de sorte que la prise d'essai dans le creuset soit correctement positionnée à l'intérieur de la bobine d'induction.

Les dimensions types des creusets de combustion sont les suivantes: 25 mm de hauteur, 25 mm de diamètre extérieur, 20 mm de diamètre intérieur, 2,5 mm d'épaisseur de paroi et 8 mm d'épaisseur du fond. Il convient que la dimension du trou du couvercle soit supérieure à 10 mm.

Les creusets et les couvercles doivent être tels que spécifiés par le fabricant de l'appareil utilisé et doivent être capables de résister à la combustion dans un four à induction sans dégager de composés chimiques contenant du soufre, de sorte à obtenir et maintenir des valeurs d'essai à blanc compatibles avec la spécification.

Afin d'éliminer toute contamination en soufre, calciner les creusets au préalable dans un four sous air ou sous oxygène pendant au moins 1 h à 1 100 °C et les conserver dans un dessiccateur ou un récipient fermé. Un four à résistance avec un tube de combustion balayé par un courant d'oxygène peut également être utilisé.

Les couvercles des creusets, utilisés pour retenir les produits d'oxydation solides dans la zone chaude de la bobine d'induction, doivent être pré-calcinés de la même manière.

6.3 Pincettes à creuset, adaptées à la manipulation des creusets recommandés (6.2).

7 Prélèvement et préparation des échantillons

7.1 Le prélèvement et la préparation des échantillons doivent être effectués selon des modes opératoires reconnus ou, en cas de litige, conformément à des normes nationales appropriées.

7.2 En principe, l'échantillon pour essai se présente sous la forme de poudre, de granulés, de copeaux ou de fraises et aucune autre préparation n'est nécessaire.

7.3 En cas de suspicion de contamination de l'échantillon pour essai par de l'huile ou de la graisse provenant des opérations de fraisage ou de perçage, celui-ci doit être nettoyé par lavage avec de l'acétone de haute pureté puis séchage à l'air.

7.4 Si l'échantillon pour essai contient des particules ou des morceaux de tailles très différentes, il convient que la prise d'essai soit obtenue par une méthode de division au diviseur à lames.

8 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les risques engendrés par une analyse par combustion sont principalement des brûlures lors de la pré-calcination des creusets en céramique et lors des fusions. Toujours utiliser des pinces pour saisir les creusets et des récipients appropriés pour placer les creusets usagés. Les précautions normales pour manipuler les bouteilles à oxygène doivent être observées. L'oxygène utilisé pour 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 et stabilisation de l'appareillage

8.1.1 Assembler l'appareillage et le préparer au fonctionnement conformément aux instructions du fabricant. Soumettre le four et l'analyseur à un essai pour s'assurer de l'absence de fuites.

8.1.2 Conditionner et stabiliser l'appareillage en procédant à la combustion de plusieurs échantillons similaires à ceux devant être analysés, en utilisant les fondants et accélérateurs appropriés, avant de commencer l'étalonnage du système ou de déterminer la valeur de l'essai à blanc.

NOTE Il n'est pas nécessaire d'utiliser des creusets pré-calcinés.

8.1.3 Faire passer le courant d'oxygène plusieurs fois dans l'appareillage et régler le zéro de l'instrument.

8.2 Essai à blanc et réglage du zéro

8.2.1 Teneurs en soufre $\leq 0,05$ %

Pour chaque domaine de mesure, introduire la masse sélectionnée de fondant (5.5.2), pesée à 0,005 g près, dans un creuset pré-calciné (6.2), ajouter la masse sélectionnée d'un MRC (5.6) ayant une teneur en soufre très faible, puis recouvrir avec la masse sélectionnée d'accélérateur (5.5.3).

Il convient que le type et la masse du fondant et de l'accélérateur utilisés pour l'essai à blanc soient conformes à ceux utilisés pour les déterminations (voir les détails en 8.4.1). Enregistrer la masse du MRC. Placer le creuset et son contenu sur le piédestal du four et faire fonctionner le four conformément aux instructions du fabricant. Répéter la détermination trois autres fois et calculer la moyenne des résultats.

Soustraire de cette moyenne la teneur en soufre du MRC pour déterminer la valeur de l'essai à blanc. Si celle-ci est supérieure à 0,001 % (fraction massique) et si l'écart-type associé est supérieur à 0,000 2 % (fraction massique), trouver l'origine du problème, le corriger et recommencer l'essai.

Enregistrer la valeur moyenne de l'essai à blanc dans l'analyseur conformément aux instructions du fabricant.

NOTE 1 Les valeurs relevées correspondent à l'essai à blanc du creuset, du fondant et de l'accélérateur.

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.

NOTE 2 Un autre mode opératoire consiste à enregistrer le résultat de l'essai à blanc et à procéder à la correction nécessaire au moyen de la courbe d'étalonnage.

8.2.2 Teneurs en soufre > 0,05 %

Il est préférable de ne pas procéder à la correction de la valeur de l'essai à blanc. Toutefois, une vérification du niveau de la valeur doit être effectuée. La valeur de l'essai à blanc doit rester inférieure à 0,000 5 % (fraction massique).

8.3 Étalonnage

8.3.1 Sélectionner, pour l'étalonnage et la vérification, une série de MRC en acier et/ou ferronickel (5.6) qui, au minimum, correspondent aux points bas, haut et quartile de chaque domaine opérationnel de fonctionnement.

8.3.2 Si l'appareil a plusieurs détecteurs de soufre (système de mesurage), procéder au réglage décrit dans cette section, pour chacun d'entre eux.

Établir tous les paramètres expérimentaux pour chaque gamme de soufre. Les paramètres à spécifier comprennent:

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

8.3.3 Pour chaque détecteur (voir 8.3.2), peser une quantité appropriée (généralement 0,50 g) d'un MRC ayant une teneur en soufre correspondant à la limite haute de chaque domaine de fonctionnement, dans un creuset pré-calciné (6.2). Ajouter les quantités prédéfinies de fondant (5.5.2) et d'accélérateur (5.5.3) et procéder à la combustion comme décrit en 8.4.1. Répéter cette opération à deux reprises.

Si les résultats se situent dans l'intervalle «Valeur certifiée $\pm 2\sigma$ », ajuster l'indication de l'appareil pour qu'elle corresponde à la teneur certifiée en soufre du matériau de référence, conformément aux instructions du fabricant.

8.3.4 Vérifier la linéarité de l'étalonnage en analysant au moins trois fois un MRC dont la teneur en soufre se situe au milieu du domaine du détecteur. Le résultat doit se situer dans l'intervalle «Valeur certifiée $\pm 2\sigma$ ».

Corriger toutes les conditions non conformes avant de passer à l'étape suivante.

8.4 Détermination

8.4.1 Peser, à 0,001 g près, 0,5 g à 0,6 g d'échantillon pour essai et l'introduire dans un creuset pré-calciné (6.2) contenant la quantité appropriée du fondant sélectionné (5.5.2), si nécessaire. Recouvrir l'échantillon pour essai avec la quantité appropriée d'accélérateur (5.5.3) et, si nécessaire, placer le couvercle sur le creuset.

NOTE Le fondant et l'accélérateur utilisés dépendent des caractéristiques propres de l'appareillage et du type de matériau analysé. Pour les ferronickels, il est possible d'utiliser 1,0 g à 1,5 g de tungstène plus étain (7 à 9 parties de tungstène + 1 partie d'étain).

8.4.2 Placer le creuset et son contenu sur le piédestal du four. Monter le tout en position de combustion et verrouiller le système. Mettre le four en fonctionnement conformément aux instructions du fabricant.

8.4.3 Enregistrer la lecture de l'analyseur et répéter la détermination au moins une fois.

NOTE 1 Il est important de maintenir une température élevée après la fusion de l'échantillon pour garantir le transfert complet du dioxyde de soufre du four vers l'analyseur à l'infrarouge.

NOTE 2 Une combustion calme est nécessaire pour éviter les projections sur le couvercle du creuset.

8.4.4 Analyser, au moins deux fois, des MRC dont la teneur en soufre est légèrement au-dessus et légèrement au-dessous de la teneur trouvée pour chaque échantillon inconnu. Le résultat correspondant doit se situer dans l'intervalle «Valeur certifiée $\pm 2\sigma$ ». Les MRC utilisés pour vérifier l'exactitude des déterminations doivent être différents de ceux utilisés pour l'étalonnage (voir [8.3](#)).

8.4.5 Si des écarts anormaux sont constatés, rejeter les résultats et reprendre les modes opératoires décrits en [8.3](#) et [8.4](#).

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

9.1.1 Si l'appareil a été étalonné pour afficher directement la teneur en soufre en pourcentage en masse, avec compensation automatique de la masse de la prise d'essai, calculer la moyenne des déterminations effectuées et enregistrer le résultat obtenu.

9.1.2 Si l'appareil a été étalonné sur la base de prises d'essai de 0,50 g et ne compense pas automatiquement la masse, diviser chaque lecture par la masse correspondante, exprimée en grammes, de la prise d'essai. Calculer la moyenne des déterminations effectuées et enregistrer le résultat obtenu.

9.1.3 Avec certains appareils, il est nécessaire d'établir une courbe d'étalonnage des lectures de l'instrument, en fonction de la masse de soufre, en microgrammes. Sur la courbe, lire la masse, exprimée en microgrammes, de soufre dans la prise d'essai, corriger pour tenir compte de l'essai à blanc et de la masse de la prise d'essai. Calculer la moyenne des déterminations effectuées et enregistrer le résultat obtenu.

9.2 Fidélité

Quatorze laboratoires dans quatre pays ont participé à un programme d'essais interlaboratoires de validation, sous les auspices de l'ISO/TC 155, comportant trois déterminations du soufre à sept niveaux de teneur (échantillons).

Chaque laboratoire a effectué deux déterminations dans des conditions de répétabilité telles que définies dans l'ISO 5725-1, c'est-à-dire un opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques, un même étalonnage et une période de temps minimale. La troisième détermination a été effectuée à un autre moment, en utilisant le même appareillage, avec un étalonnage différent.

Les compositions des échantillons utilisés figurent en [Annexe B](#).

Les résultats obtenus ont été statistiquement évalués conformément à l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-3. Ils sont répertoriés dans le [Tableau 1](#), qui montre que la reproductibilité (R) correspondant à une teneur en soufre de 0,276 % est supérieure au niveau acceptable (comparaison de CV (R) % à Max CV (R) %). Par conséquent, le domaine d'application de la méthode a été réduit aux teneurs en soufre $\leq 0,12$ %.

Pour le domaine compris entre 0,002 % et 0,12 %, les relations logarithmiques entre la teneur en soufre (m) et les paramètres de fidélité (r , R_w et R) ainsi que les coefficients de corrélation correspondants sont les suivants: