
**Aciers non alliés — Détermination des
faibles teneurs en carbone —**

**Partie 2:
Méthode par absorption dans
l'infrarouge après combustion dans un
four à induction (avec préchauffage)**

Unalloyed steel — Determination of low carbon content —

*Part 2: Infrared absorption method after combustion in an induction
furnace (with preheating)*

ISO 15349-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9f9029f4-d55c-41a8-a54b-c6d54848b593/iso-15349-2-2021>



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

ISO 15349-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9f9029f4-d55c-41a8-a54b-c6d54848b593/iso-15349-2-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
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	2
6 Appareillage	3
7 Prélèvement et préparation des échantillons pour essai	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Généralités	4
8.2 Prise d'essai	5
8.3 Essai à blanc	5
8.4 Détermination	6
8.4.1 Prétraitement de la prise d'essai	6
8.4.2 Combustion de la prise d'essai	6
8.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage	6
8.5.1 Étalonnage à partir de solutions étalon de saccharose	6
8.5.2 Étalonnage à partir du carbonate de calcium	7
9 Expression des résultats	7
9.1 Méthode de calcul	7
9.2 Fidélité	8
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Caractéristiques des fours à induction et des analyseurs de carbone à l'infrarouge du commerce	10
Annexe B (informative) Informations complémentaires sur l'essai interlaboratoires international	12
Annexe C (informative) Représentation graphique des données de fidélité	14
Bibliographie	15

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 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 459/SC 2, *Méthodes d'analyses chimiques pour le fer et l'acier*, 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 15349-2:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- révision des références normatives;
- mise à jour des données de fidélité;
- suppression du Tableau B.3 précédent;
- amélioration du texte sur le plan rédactionnel.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 15349 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

Aciers non alliés — Détermination des faibles teneurs en carbone —

Partie 2: Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction (avec préchauffage)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des faibles teneurs en carbone dans les aciers non alliés par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.

La méthode est applicable aux teneurs en carbone comprises entre 0,000 3 % (en masse) et 0,009 % (en masse).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

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

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

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/>

4 Principe

Préchauffage d'une prise d'essai à basse température, suivi de sa combustion dans un four à induction porté à haute température, sous un courant d'oxygène pur et en présence d'un accélérateur.

Transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou en monoxyde de carbone.

Mesurage par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone dégagés de l'échantillon et entraînés par un courant d'oxygène pur.

L'étalonnage est établi avec du saccharose ou du carbonate de calcium.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et seulement de l'eau à faible teneur en matières organiques, par exemple eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

5.1 Eau, exempt de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau pendant 30 min, refroidir à température ambiante et faire barboter de l'oxygène (5.2) ou un gaz inerte de haute pureté pendant 15 min. À préparer juste avant l'emploi.

5.2 Oxygène, pureté minimale 99,95 % (en volume).

Lorsque l'on suspecte la présence de polluants organiques dans l'oxygène, un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine], chauffé à une température supérieure à 450 °C, doit être placé en amont du dispositif de purification.

La pression d'oxygène dans le four est contrôlée par un régulateur de pression spécialement conçu à cet effet.

5.3 Fer pur, ayant une teneur en carbone inférieure à 0,000 3 % (en masse) ou une teneur en carbone très faible et connue.

5.4 Solvant, approprié pour le nettoyage des échantillons pour essai gras ou sales, par exemple, acétone.

5.5 Accélérateur, les accélérateurs usuels sont le cuivre, un mélange d'étain et de tungstène, le fer, le tungstène ou le nickel. Le cuivre, le mélange d'étain et de tungstène ou le tungstène ayant une teneur en carbone inférieure à 0,000 3 % (en masse) peuvent être utilisés.

Une plaque de cuivre ou un mélange d'étain et de tungstène en granules ayant une teneur en carbone inférieure à 0,000 3 % (en masse) ou une teneur en carbone très faible et connue.

Il convient d'utiliser des plaques de cuivre (environ 0,1 g/plaque) ou du cuivre en granules après le traitement suivant. Chauffer la plaque de cuivre à une température comprise entre 450 °C et 600 °C pendant 10 min sous un courant d'oxygène ou dans l'air et refroidir dans un dessiccateur à rodage sans graisse. Effectuer ce traitement juste avant l'emploi.

Si nécessaire, laver par décantation trois fois avec de l'acétone, pour éliminer les contaminants organiques et sécher à température ambiante.

Il convient d'utiliser l'étain en granules (environ 0,2 g/granule) et le tungstène en granules de 1,68 mm (12 mesh) à 0,853 mm (20 mesh) après le traitement suivant. Chauffer le tungstène sous air à une température de 450 °C pendant 10 min et refroidir dans un dessiccateur à rodage sans graisse. Nettoyer l'étain dans de l'acide chlorhydrique pendant plus de 5 min dans un bac à ultrasons, le rincer avec de l'eau et le sécher à l'air. Effectuer ces traitements juste avant l'emploi.

5.6 Saccharose, solutions étalon

Peser, à 0,1 mg près, les masses de saccharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) figurant 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 introduire dans chacun d'une série de sept béchers de 100 ml.

Les dissoudre dans 30 ml d'eau (5.1), les transvaser quantitativement dans chacune d'une série de fioles jaugées de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau (5.1) et homogénéiser.

Tableau 1 — Série de solutions étalon de saccharose

Numéro de référence de la solution étalon	Masse de saccharose g	Masse correspondante de carbone ajoutée	Teneur en carbone dans 1 g de prise d'essai
		µg	% en masse
1	0 ^a	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
^a Terme zéro			

5.7 Carbonate de calcium

Sécher le carbonate de calcium [pureté minimale: 99,9 % (en masse)] à une température de 180 °C pendant 1 h et refroidir dans un dessiccateur avant l'emploi.

5.8 Perchlorate de magnésium, anhydre, $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$, de granulométrie comprise entre 0,7 mm à 2,0 mm.

5.9 Céramique inerte (attapulгите), imprégnée d'hydroxyde de sodium, de granulométrie comprise entre 0,6 mm à 1,2 mm.

6 Appareillage

L'appareillage requis pour la combustion dans un four à induction et le mesurage subséquent de l'absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone formés peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants. Suivre les instructions du fabricant pour l'utilisation de l'appareillage.

Les caractéristiques courantes de ces systèmes figurent dans l'[Annexe A](#).

Toute la verrerie de laboratoire doit être de classe A, conformément à l'ISO 648 ou l'ISO 1042, selon le cas.

Outre du matériel courant de laboratoire, on doit utiliser ce qui suit.

6.1 Creuset en céramique, pouvant résister à la combustion dans un four à induction

Juste avant l'emploi, calciner les creusets dans un four électrique sous air ou sous un courant d'oxygène pendant au moins 2 h à une température supérieure à 1 200 °C et les conserver dans un dessiccateur ou dans un récipient fermé avant utilisation.

Pour la détermination de faibles teneurs en carbone il est recommandé de calciner les creusets à 1 350 °C sous un courant d'oxygène.

6.2 Capsule d'étain, d'environ 6 mm de diamètre, de 18 mm de hauteur, d'une masse de 0,3 g et d'un volume approximatif de 0,4 ml et ayant une teneur en carbone inférieure à 0,000 3 % (en masse) ou une teneur en carbone très faible et connue.

Il convient d'utiliser les capsules en étain après le traitement suivant.

Laver la capsule dans de l'acide chlorhydrique (ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 1) pendant 5 min tout en agitant régulièrement, puis la laver minutieusement avec de l'eau et la sécher. La conserver dans un flacon en verre propre.

6.3 Filtre en fibres de verre, de 21 mm de diamètre

Il convient d'utiliser les filtres en fibres de verre après traitement suivant.

Chauffer le filtre en fibres de verre sous air à une température comprise entre 500 °C et 550 °C pendant au moins 30 min et le refroidir dans un dessiccateur à rodage sans graisse. Le conserver dans un flacon en verre propre.

6.4 Micropipette, 100 μ l, la limite d'erreur doit être inférieure 1 μ l.

6.5 Microbalance, d'une précision de 0,1 μ g.

6.6 Four à moufle ou four bobiné, consigné entre 400 °C et 500 °C.

7 Prélèvement et préparation des échantillons pour essai

Le prélèvement et la préparation des échantillons doivent être effectués conformément à l'ISO 14284 ou à des normes nationales appropriées. Il est recommandé que la taille des échantillons pour essai soit comprise entre 0,75 mm et 2,0 mm.

8 Mode opératoire

CONSIGNES DE SÉCURITÉ Les risques relatifs aux analyses par combustion sont principalement des brûlures lors de la pré-calcination des creusets en céramique et lors de la combustion. Utiliser 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 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9f9029f4-d55c-41a8-a54b-c6d54848b593/iso-15349-2-2021>

8.1 Généralités

Purifier l'alimentation en oxygène en faisant circuler ce gaz à travers les tubes garnis, l'un de céramique inerte (attapulгите) imprégnée d'hydroxyde de sodium (5.9) et l'autre de perchlorate de magnésium (5.8) et maintenir un débit suffisant lorsque l'appareillage est en mode veille. D'autres réactifs de purification sont recommandés par certains fabricants d'analyseurs de carbone.

Maintenir un filtre en laine de verre ou une grille en acier inoxydable comme collecteur de poussières entre le four et l'analyseur. Le(s) nettoyer et le(s) changer chaque fois que cela s'avère nécessaire. Nettoyer fréquemment l'enceinte du four, le piédestal et le piège du filtre pour empêcher les accumulations d'oxyde.

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, selon la nature du matériau. La température atteinte au cours de la combustion dépend de la puissance du générateur haute fréquence, de la géométrie du four, de la bobine d'induction, ainsi que du type et de la quantité d'échantillon dans le creuset. Cette température peut être de l'ordre de 1 700 °C ou plus.

Lorsque l'appareillage est remis sous tension après une coupure de l'alimentation électrique pendant n'importe quelle durée, le laisser se stabiliser pendant le temps recommandé par le fabricant concernant la stabilisation de l'équipement.

Après le nettoyage de la chambre du four et/ou un changement des filtres ou après que l'équipement n'ait pas fonctionné pendant une période, le stabiliser en brûlant plusieurs échantillons, de type similaire aux échantillons à analyser, avant de procéder à des analyses.

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

Si l'appareil utilisé donne des lectures directes en pourcentage de la teneur en carbone, régler les lectures de l'instrument pour chaque domaine d'étalonnage comme décrit ci-après.

Choisir un matériau de référence certifié dont la teneur en carbone est proche de la teneur maximale en carbone de la gamme d'étalonnage et mesurer la teneur en carbone du matériau de référence certifié de la manière spécifiée en [8.4](#).

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

Ce réglage doit être fait avant l'étalonnage décrit en [8.5](#). Il ne peut remplacer ou corriger l'étalonnage.

8.2 Prise d'essai

Si nécessaire, dégraisser l'échantillon pour essai par nettoyage dans un solvant approprié ([5.4](#)). Évaporer les dernières traces de solvant en chauffant avec précaution.

Peser, à 0,1 mg près, environ 1,0 g d'échantillon pour essai.

8.3 Essai à blanc

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

Peser, à 0,1 mg près, approximativement 1,0 g de fer pur ([5.3](#)) et le placer dans un creuset en céramique ([6.1](#)).

Placer le creuset en céramique contenant le fer pur dans le four à moufle ou le four bobiné ([6.6](#)) chauffé à $420\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ pendant 5 min à 10 min.

Retirer le creuset en céramique contenant le fer pur du four à moufle ou du four bobiné et introduire immédiatement la masse appropriée de l'accélérateur ([5.5](#)) ainsi qu'une capsule en étain ([6.2](#)) ou un filtre en fibres de verre ([6.3](#)) dans ce creuset en céramique.

Traiter le creuset et son contenu comme spécifié en [8.4.2](#).

Pour l'essai à blanc, dans les cas où la courbe d'étalonnage spécifiée en [8.5.1](#) est utilisée, introduire dans la capsule en étain ([6.2](#)) 100 µl d'eau ([5.1](#)), au moyen de la micropipette ([6.4](#)) et sécher à 90 °C pendant 2 h.

Pour l'essai à blanc, dans les cas où la courbe d'étalonnage spécifiée en [8.5.2](#) est utilisée, verser 100 µl d'eau ([5.1](#)) sur un filtre en fibres de verre ([6.3](#)), au moyen de la micropipette ([6.4](#)) et sécher à 90 °C pendant 2 h.

Dans le cas de l'utilisation d'une capsule en étain ([6.2](#)), après son introduction dans le creuset en céramique ([6.1](#)) elle peut être pressée légèrement contre le fond du creuset.

Relever les lectures des essais à blanc et les convertir en microgrammes de carbone, à 0,1 µg près, au moyen de la courbe d'étalonnage (voir [8.5](#)).

La valeur de l'essai à blanc s'obtient en soustrayant la masse de carbone présente dans le fer pur ([5.3](#)) utilisé, de la moyenne des essais à blanc.

La valeur moyenne de l'essai à blanc ($m_{C,0}$) est calculée à partir des deux valeurs de l'essai à blanc, à 0,1 µg près.

La valeur moyenne de l'essai à blanc ne doit pas dépasser 3,0 µg de carbone, et la différence entre les deux valeurs des essais à blanc ne doit pas dépasser 2,0 µg de carbone. Si ces valeurs sont anormalement élevées, rechercher la source de pollution et l'éliminer.

La quantité d'accélérateurs dépend des caractéristiques individuelles de l'appareil et du type de matériau à analyser. La quantité utilisée doit être suffisante pour une combustion complète.

8.4 Détermination

8.4.1 Prétraitement de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (voir 8.2) dans un creuset en céramique (6.1).

Placer le creuset en céramique contenant la prise d'essai dans le four à moufle ou le four bobiné (6.6) chauffé à $420\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 5 min à 10 min.

Retirer le creuset en céramique contenant la prise d'essai du four à moufle ou du four bobiné et ajouter immédiatement la masse appropriée d'accélérateur (5.5) (voir 8.3) et, dans les cas où le saccharose est utilisé comme produit pour l'étalonnage, ajouter une capsule en étain (6.2) ou un filtre en fibres de verre (6.3) (voir 8.3) dans ce creuset en céramique contenant la prise d'essai.

8.4.2 Combustion de la prise d'essai

Placer immédiatement le creuset en céramique et son contenu sur le piédestal, amener en position de combustion et verrouiller le système. Mettre en fonctionnement le four conformément aux instructions du fabricant.

À la fin du cycle de combustion et de mesurage, retirer le creuset et le jeter, puis enregistrer la lecture de l'analyseur.

8.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage

8.5.1 Étalonnage à partir de solutions étalon de saccharose

8.5.1.1 Préparation de la série d'étalonnage

À l'aide d'une micropipette (6.4), introduire 100 µl, à 1 µl près, de chaque solution étalon de saccharose (5.6) dans une série de sept capsules en étain (6.2) (voir 8.3) ou de filtres en fibres de verre (6.3) et les sécher à $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 2 h.

Refroidir à température ambiante.

La masse de 100 µl de la solution étalon de saccharose peut être confirmée en la pesant, à 1 mg près, si nécessaire.

8.5.1.2 Mesurages

Peser, à 0,1 mg près, environ 1,0 g de fer pur (5.3) et l'introduire dans un creuset en céramique (6.1).

Placer le creuset en céramique contenant le fer pur dans le four à moufle ou le four bobiné (6.6) chauffé à $420\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 5 min à 10 min.

Retirer le creuset en céramique contenant le fer pur du four à moufle ou du four bobiné.

Introduire immédiatement la capsule en étain (6.2) ou le filtre en fibre de verre (6.3) contenant le saccharose dans le creuset en céramique contenant le fer pur et recouvrir de la même quantité d'accélérateur (5.5) (voir 8.3) que celle utilisée pour la prise d'essai.

Traiter le creuset et son contenu comme décrit en 8.4.2.