
**Aciers et fontes — Prélèvement et
préparation des échantillons pour
la détermination de la composition
chimique**

*Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the
determination of chemical composition*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14284:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e47b80-9f91-4c59-827b-b1cdabb7cb0d/iso-14284-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14284:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e47b80-9f91-4c59-827b-b1cdabb7cb0d/iso-14284-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Exigences pour le prélèvement et la préparation des échantillons	4
4.1 Généralités	4
4.2 Échantillon	4
4.2.1 Qualité	4
4.2.2 Dimensions	5
4.2.3 Identification	5
4.2.4 Conservation de l'échantillon	5
4.2.5 Échantillons pour arbitrage	5
4.3 Prélèvement	6
4.3.1 Échantillon prélevé à partir d'un bain de fusion	6
4.3.2 Échantillon prélevé à partir d'un produit	6
4.4 Préparation d'un échantillon	6
4.4.1 Préparation préliminaire d'un échantillon	6
4.4.2 Échantillon pour essai sous la forme de copeaux	7
4.4.3 Échantillon pour essai sous la forme de fragments	7
4.4.4 Échantillon pour essai en forme de bloc massif	8
4.4.5 Préparation d'un échantillon pour essai par refusion	9
4.5 Mesures de sécurité	9
4.5.1 Protection du personnel	9
4.5.2 Machines	9
4.5.3 Substances dangereuses	9
5 Fonte liquide pour l'élaboration de l'acier et la production de fonte brute	10
5.1 Généralités	10
5.2 Prélèvement par louche	10
5.2.1 Méthodes	10
5.2.2 Entretien du matériel	11
5.3 Prélèvement par sonde	11
5.3.1 Généralités	11
5.3.2 Méthodes	12
5.4 Préparation d'un échantillon pour essai	12
5.4.1 Préparation préliminaire	12
5.4.2 Échantillon pour essai par une méthode chimique	12
5.4.3 Échantillon pour essai par une méthode thermique	12
5.4.4 Échantillon pour essai par une méthode physique	12
6 Fonte liquide pour la production de fonte	13
6.1 Généralités	13
6.2 Prélèvement par louche	13
6.2.1 Généralités	13
6.2.2 Méthodes	14
6.2.3 Échantillon en coquille	14
6.2.4 Échantillon non trempé	15
6.2.5 Entretien du matériel	15
6.3 Prélèvement par sonde	15
6.4 Préparation d'un échantillon pour essai	15
6.4.1 Préparation préliminaire	15
6.4.2 Échantillon pour essai par des méthodes chimiques	15
6.4.3 Échantillon pour essai par des méthodes thermiques	16
6.4.4 Échantillon pour essai par des méthodes physiques	16

6.5	Prélèvement et préparation des échantillons pour le dosage de l'oxygène et de l'azote.....	17
6.5.1	Généralités.....	17
6.5.2	Méthode.....	17
6.5.3	Préparation de la prise d'essai.....	17
7	Acier liquide pour l'élaboration de l'acier.....	17
7.1	Généralités.....	17
7.2	Prélèvement par louche.....	17
7.2.1	Méthodes.....	17
7.2.2	Entretien du matériel.....	18
7.3	Prélèvement par sonde.....	18
7.3.1	Généralités.....	18
7.3.2	Méthodes.....	18
7.4	Préparation d'un échantillon pour essai.....	19
7.4.1	Préparation préliminaire.....	19
7.4.2	Échantillon pour essai par des méthodes chimiques.....	19
7.4.3	Échantillon pour essai par des méthodes thermiques.....	19
7.4.4	Échantillon pour essai par des méthodes physiques.....	20
7.5	Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de l'azote et de l'oxygène.....	20
7.5.1	Méthodes de prélèvement.....	20
7.5.2	Préparation de la prise d'essai.....	21
7.6	Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de l'hydrogène.....	21
7.6.1	Généralités.....	21
7.6.2	Méthodes de prélèvement.....	22
7.6.3	Préparation de la prise d'essai.....	22
8	Fontes brutes.....	22
8.1	Généralités.....	22
8.2	Échantillon élémentaire.....	22
8.2.1	Nombre d'incréments.....	22
8.2.2	Méthodes.....	23
8.2.3	Consignation de fontes brutes mélangées.....	23
8.3	Préparation d'un échantillon pour essai.....	23
8.3.1	Généralités.....	23
8.3.2	Échantillon pour essai par des méthodes chimiques.....	24
8.3.3	Échantillon pour essai par des méthodes thermiques.....	24
8.3.4	Échantillon pour essai par des méthodes physiques.....	25
9	Produits en fonte.....	25
9.1	Généralités.....	25
9.2	Prélèvement et préparation d'un échantillon.....	26
9.2.1	Généralités.....	26
9.2.2	Échantillon pour essai par des méthodes chimiques.....	26
9.2.3	Échantillon en forme de bloc massif pour l'analyse par une méthode thermique.....	27
9.2.4	Échantillon pour essai par des méthodes physiques.....	27
10	Produits en acier.....	28
10.1	Généralités.....	28
10.2	Choix d'un échantillon pour laboratoire ou d'un échantillon pour essai à partir d'un produit moulé.....	28
10.3	Choix d'un échantillon pour laboratoire ou d'un échantillon pour essai à partir d'un produit corroyé.....	28
10.3.1	Généralités.....	28
10.3.2	Profilés.....	28
10.3.3	Plaques ou brames.....	29
10.3.4	Profilés légers, barres, tiges, tôles, bandes et fils.....	29
10.3.5	Tubes et tuyaux.....	30

10.4	Préparation d'un échantillon pour essai.....	30
10.4.1	Généralités.....	30
10.4.2	Échantillon pour essai en forme de copeaux.....	31
10.4.3	Échantillon pour essai en forme de bloc massif.....	31
10.5	Prélèvement sur des aciers de décolletage.....	31
10.6	Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de l'oxygène.....	32
10.6.1	Généralités.....	32
10.6.2	Méthodes de prélèvement.....	32
10.6.3	Préparation d'une prise d'essai.....	32
10.7	Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de l'hydrogène.....	33
10.7.1	Généralités.....	33
10.7.2	Méthodes de prélèvement.....	33
10.7.3	Préparation d'une prise d'essai.....	34
Annexe A (informative) Sondes de prélèvement utilisées avec la fonte et l'acier liquides.....		35
Annexe B (informative) Sondes de prélèvement utilisées avec l'acier liquide pour la détermination de l'hydrogène.....		44
Bibliographie.....		48

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14284:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3e47b80-9f91-4c59-827b-b1cdabb7cb0d/iso-14284-2022>

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 14284:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes:

- mise à jour des figures ;
- mise à jour de [l'Article 3](#) ;
- mise à jour du texte ;
- ajout de nouvelles sondes de prélèvement ;
- les unités sont exprimées selon le système SI.

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 et fontes — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes de prélèvement et de préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique des fontes brutes, des fontes moulées et des aciers.

Ces méthodes sont spécifiées à la fois pour le métal liquide et le métal solide.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

méthode d'analyse chimique

méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle l'échantillon pour essai (3.16) ou la prise d'essai (3.17) est soumis à des réactions chimiques

3.2

méthode d'analyse physique

méthode physique

méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle la détermination est effectuée sans soumettre l'échantillon pour essai (3.16) à des réactions chimiques

EXEMPLE Méthode spectrométrique d'émission optique (SEO) ou méthode spectrométrique par fluorescence de rayons X (FRX).

3.3

méthode d'analyse thermique

méthode thermique

méthode de détermination de la composition chimique dans laquelle l'échantillon pour essai (3.16) est soumis à un procédé de chauffage, de combustion ou de fusion

3.4

bain de fusion

métal liquide dans lequel un échantillon (3.25) est prélevé

3.5

prélèvement par louche

méthode par laquelle un échantillon (3.25) est prélevé dans le bain de fusion (3.4), ou lors de la coulée du bain de fusion, au moyen d'une louche à long manche, puis coulé dans un petit moule

3.6

échantillon de louche

échantillon (3.25) obtenu par la méthode de *prélèvement par louche* (3.5)

3.7

prélèvement par sonde

méthode par laquelle un *échantillon* (3.25) est prélevé dans le *bain de fusion* (3.4) au moyen d'une sonde de prélèvement, disponible dans le commerce, immergée dans le bain

3.8

échantillon de sonde

échantillon (3.25) obtenu par *prélèvement par sonde* (3.7)

3.9

prélèvement par aspiration

méthode de *prélèvement par sonde* (3.7) par laquelle la sonde est immergée dans le *bain de fusion* (3.4) et où la chambre pour échantillon de la sonde se remplit par aspiration

3.10

prélèvement à la coulée

méthode de *prélèvement par sonde* (3.7) par laquelle la sonde est introduite dans un jet de métal liquide et où la chambre pour échantillon de la sonde est rempli par la force exercée par l'écoulement du métal

3.11

prélèvement par immersion

méthode de *prélèvement par sonde* (3.7) par laquelle la sonde est immergée dans le *bain de fusion* (3.4) et où la chambre pour échantillon de la sonde se remplit par pression ferrostatique ou par gravité.

3.12

produit moulé

produit en acier ou en fonte qui n'a pas été soumis à déformation

EXEMPLE Un lingot, un produit semi-fini obtenu par coulée continue, une pièce moulée.

3.13

produit corroyé

produit soumis à des processus de déformation plastique à chaud et/ou à froid tels que l'extrusion, le forgeage, le laminage à chaud, le laminage à froid ou l'étirage, utilisés seuls ou combinés

EXEMPLE Tiges, barres, fils, tubes, profilés, tôles, bandes, pièces forgées.

3.14

échantillon d'un lot

quantité suffisante de fonte, de fonte brute ou d'acier sélectionnée dans un lot de produit afin d'obtenir un ou plusieurs *échantillons pour laboratoire* (3.15)

3.15

échantillon pour laboratoire

partie d'un *échantillon* (3.25) traitée de manière à pouvoir être envoyée au laboratoire afin d'obtenir un ou plusieurs *échantillons pour essai* (3.16)

3.16

échantillon pour essai

partie d'un *échantillon d'un lot* (3.14) ou partie d'un *échantillon pour laboratoire* (3.15) prélevée dans un échantillon d'un lot, ou partie d'un *échantillon* (3.25) prélevée dans le *bain de fusion* (3.4), et préparée selon les conditions requises pour être soumise à l'analyse

Note 1 à l'article: L'échantillon pour essai peut également être l'échantillon d'un lot lui-même ou un échantillon prélevé dans le bain de fusion

Note 2 à l'article: Les catégories d'échantillons pour essai sont les suivantes :

- échantillon en forme de bloc massif;
- échantillon obtenu par refusion;
- échantillon sous forme de copeaux préparé par usinage;
- échantillon sous forme de fragments obtenus par *concassage* (3.19);
- échantillon sous forme de poudre obtenue par *broyage* (3.18).

3.17

prise d'essai

partie d'un *échantillon pour essai* (3.16) ou partie d'un *échantillon* (3.25) prélevée dans le *bain de fusion* (3.4), soumise à l'analyse

Note 1 à l'article: Dans certains cas, la prise d'essai peut être sélectionnée sur l'*échantillon d'un lot* (3.14) lui-même

Note 2 à l'article: Les types de prises d'essai se présentant sous forme d'échantillon de blocs massifs sont les suivants:

- petit disque, le plus souvent désigné par «pastille», obtenu par poinçonnage;
- petit appendice, le plus souvent désigné par «languette»;
- tige de petit diamètre, le plus souvent désignée par «crayon», obtenue par découpage.

3.18

broyage

opération consistant à réduire la taille des particules par *concassage* (3.19) ou *meulage* (3.21)

3.19

concassage

réduction mécanique de la taille des particules d'un matériau obtenue en cassant de grands morceaux en plusieurs petits morceaux

3.20

polissage

méthode de préparation d'un *échantillon* (3.25) de métal pour une *méthode d'analyse physique* (3.2), dans laquelle la surface de l'*échantillon pour essai* (3.16) est abrasée par la rotation en continu d'un disque ou d'une bande recouvert d'un matériau abrasif

3.21

meulage

méthode de préparation d'un *échantillon* (3.25) de métal pour une *méthode d'analyse physique* (3.2), dans laquelle la surface de l'*échantillon pour essai* (3.16) est abrasée au moyen d'une meule

3.22

fraisage

méthode de préparation de copeaux ou de la surface d'un *échantillon* (3.25) pour une *méthode d'analyse physique* (3.2) dans laquelle la surface de l'échantillon est usinée à l'aide d'un outil de coupe rotatif multicoupe

3.23

consignation

quantité de métal livrée en une seule fois

3.24

échantillon élémentaire

quantité de métal obtenue en une seule fois par prélèvement sur une *consignation* (3.23)

3.25

échantillon

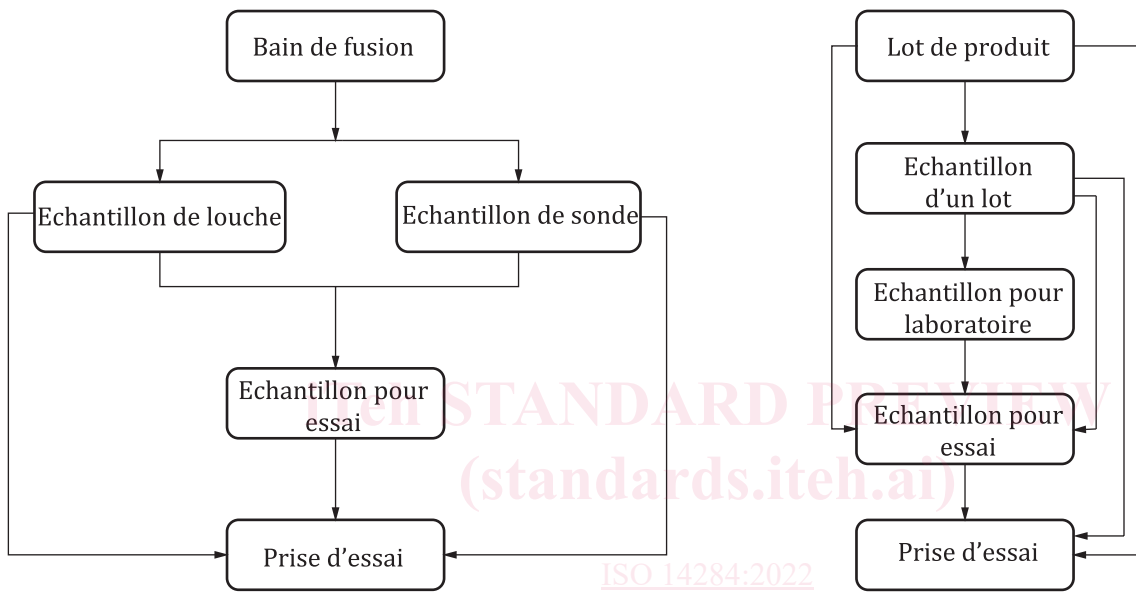
portion de matériau choisie parmi une plus grande quantité de matériau

4 Exigences pour le prélèvement et la préparation des échantillons

4.1 Généralités

Le présent article couvre les exigences générales relatives au prélèvement ainsi qu'à l'échantillon et à la préparation des échantillons de fonte et d'acier liquides. Des exigences spéciales s'appliquent à chaque catégorie de métaux liquide et solide; elles sont développées dans les paragraphes correspondants.

La séquence de prélèvement et de préparation des échantillons de fonte et d'acier liquides ainsi que des produits en fonte brute, fonte moulée et en acier est représentée à la [Figure 1](#). Des considérations spéciales s'appliquent aux fontes brutes (voir [Article 8](#)).



a) Fonte et acier liquides **b) Produits en fonte brute, en fonte et en acier**

Figure 1 — Séquence de prélèvement et de préparation des échantillons

4.2 Échantillon

4.2.1 Qualité

Les modes de prélèvement doivent permettre de fournir un échantillon pour essai représentatif de la composition chimique moyenne du bain de fusion ou de l'échantillon d'un lot.

L'échantillon pour essai doit être suffisamment homogène au niveau de sa composition chimique de sorte que l'hétérogénéité n'ait pas d'impact significatif sur l'incertitude des résultats de l'analyse. Cependant, dans le cas d'un échantillon prélevé dans un bain de fusion, une certaine variabilité dans l'analyse, aussi bien dans un même échantillon qu'entre plusieurs échantillons pour essai, peut s'avérer inévitable. Cette variabilité fait partie intégrante de l'exactitude de l'analyse.

L'échantillon pour essai ne doit pas comporter de revêtement de surface et doit être exempt d'humidité, de poussière et de toute autre forme de souillure.

Dans la mesure du possible, il convient que l'échantillon pour essai soit exempt de soufflures, de fissures et de porosités, ainsi que de bavures, de peaux ou autres imperfections de surface.

Un soin particulier doit être apporté lors de la sélection et de la préparation de l'échantillon pour essai lorsqu'on s'attend à ce que l'échantillon prélevé dans un bain de métal soit hétérogène ou pollué d'une façon ou d'une autre. L'échantillon doit être rejeté s'il présente de telles incohérences.

Un échantillon prélevé dans un bain de fusion doit être refroidi de telle sorte que sa composition chimique et sa microstructure métallurgique soient les mêmes d'un échantillon à l'autre.

L'analyse par certaines méthodes physiques peut être influencée par la microstructure métallurgique de l'échantillon, notamment dans le cas des fontes moulées (même si elles présentent une microstructure blanche) et des aciers moulés ou corroyés.

4.2.2 Dimensions

Les dimensions d'un échantillon pour laboratoire se présentant sous forme de bloc massif doivent être suffisantes pour permettre le prélèvement d'échantillons supplémentaires pour effectuer d'autres analyses.

La masse des échantillons pour essai doit permettre d'effectuer d'autres analyses. En règle générale, une masse de 100 g convient pour un échantillon sous forme de copeaux ou de poudre.

La forme et les dimensions des échantillons sont principalement déterminées de façon à assurer:

- l'homogénéité entre échantillons;
- l'acceptabilité en tant que représentatifs de la composition du bain de fusion;
- une microstructure adaptée aux techniques d'analyse des échantillons massifs.

Dans le cas des méthodes spectrométriques d'émission optique et de fluorescence de rayons X, la forme et les dimensions de l'échantillon pour essai seront déterminées en fonction des dimensions de la chambre pour échantillon.

4.2.3 Identification

Une identification unique doit être attribuée à chaque échantillon pour essai de manière à tracer le bain de fusion dans lequel il a été prélevé et, si nécessaire, les conditions du procédé de fusion ou l'emplacement de l'échantillon pour laboratoire ou de l'échantillon pour essai dans l'échantillon d'un lot.

Une identification unique doit être attribuée à chaque échantillon pour essai de fonte brute de manière à tracer la consignation ou une partie de la consignation et l'échantillon élémentaire sur lequel il a été prélevé.

L'étiquetage ou un mode équivalent de marquage doivent être utilisés pour que l'identification attribuée demeure associée à l'échantillon pour essai.

L'identification, l'état et la présentation de l'échantillon doivent être enregistrés afin d'éliminer tout risque de confusion sur l'identité de l'élément auquel l'analyse et les enregistrements se réfèrent.

4.2.4 Conservation de l'échantillon

Des moyens de conservation adaptés doivent être prévus pour isoler et protéger l'échantillon pour essai. Pendant et après sa préparation, l'échantillon pour essai doit être entreposé de telle sorte qu'il soit à l'abri de toute contamination ou altération chimique.

Il est admis de conserver l'échantillon pour laboratoire sous la forme d'un bloc massif et un échantillon pour essai peut être alors préparé quand cela s'avère nécessaire.

L'échantillon pour essai ou l'échantillon pour laboratoire sous la forme massive doit être conservé suffisamment de temps dans le laboratoire à des fins d'audits et/ou de contre-essais.

4.2.5 Échantillons pour arbitrage

Dans le cas d'échantillons destinés à l'arbitrage, les échantillons d'essai doivent être préparés conjointement par le fournisseur et l'acheteur ou leurs représentants. Un enregistrement des méthodes utilisées pour préparer les échantillons pour essai doit être conservé.

Les conteneurs renfermant les échantillons pour essai destinés à un arbitrage doivent être scellés par les deux parties ou par leurs représentants. Sauf accord contraire, ces conteneurs doivent être conservés par les représentants de chaque partie responsable de la préparation des échantillons.

4.3 Prélèvement

4.3.1 Échantillon prélevé à partir d'un bain de fusion

Les bains de fusion sont échantillonnés aux différentes étapes du procédé de fabrication à des fins de surveillance et de maîtrise du procédé. Des échantillons peuvent être prélevés à la coulée du bain de fusion afin de vérifier si la composition chimique est conforme aux spécifications du produit coulé. Dans le cas du métal liquide destiné à la fabrication d'une pièce moulée, l'échantillon pour essai peut être prélevé à partir de barres ou de blocs pour essai spécialement coulés avec le même métal que celui de la pièce moulée à des fins d'essais mécaniques, conformément à la norme relative au produit.

Les modes de prélèvement dans des bains de fusion doivent permettre d'obtenir des échantillons pendant un processus de fabrication particulier conformément aux exigences relatives à la qualité de l'échantillon (voir 4.2.1). L'échantillon obtenu à partir d'un bain de fusion se présente généralement sous forme d'un petit lingot, d'un bloc cylindrique ou rectangulaire, d'un disque coulé en coquille, d'un crayon ou d'une combinaison de disques munis d'un ou de plusieurs crayons. Dans certains cas, de petites languettes sont fixées à un disque.

NOTE Des sondes de prélèvement utilisées avec la fonte et l'acier liquides peuvent être obtenues auprès de plusieurs fournisseurs. Les principales caractéristiques de plusieurs types de sondes sont indiquées à l'[Annexe A](#) et [Annexe B](#).

4.3.2 Échantillon prélevé à partir d'un produit

L'échantillon pour laboratoire ou l'échantillon pour essai peut être choisi à partir de l'échantillon d'un lot à l'emplacement indiqué dans la spécification relative au produit pour le choix de la matière pour les essais mécaniques, lorsqu'elle est disponible.

Dans le cas d'une pièce moulée en fonte, l'échantillon pour essai peut être prélevé à partir d'une barre ou d'un bloc attendant à la pièce.

Dans le cas d'une pièce forgée, l'échantillon pour essai peut être prélevé sur le matériau d'origine à partir duquel le forgeage a été effectué, ou à partir des parties prolongées des pièces forgées ou de forgeages supplémentaires.

À défaut d'exigences données dans la norme relative au produit, ou de spécifications à la commande du produit, l'échantillon pour essai peut être prélevé à partir de l'échantillon destiné aux essais mécaniques ou de l'éprouvette, ou bien directement sur l'échantillon d'un lot.

L'échantillon pour laboratoire ou l'échantillon pour essai peut être obtenu à partir de l'échantillon d'un lot par usinage ou par tout autre moyen approprié. Des considérations particulières s'appliquent en cas de prélèvement destiné à la détermination de certains éléments.

4.4 Préparation d'un échantillon

4.4.1 Préparation préliminaire d'un échantillon

Si une partie quelconque de l'échantillon risque de ne pas être représentative au niveau de la composition chimique, par exemple en raison de son oxydation, on peut accepter, après enquête établissant la nature et l'étendue de l'altération de sa composition, d'éliminer de l'échantillon les parties qui se sont trouvées modifiées. Après cette opération, l'échantillon doit être protégé pour éviter toute altération de sa composition.

Si nécessaire, la surface du métal doit être mise entièrement à nu à l'emplacement de l'usinage par tout moyen approprié afin d'éliminer le revêtement éventuellement appliqué au cours de la fabrication. Si

nécessaire, la surface du métal doit être dégraissée au moyen d'un solvant approprié. Il faut faire en sorte que le procédé de dégraissage n'ait pas d'impact sur l'exactitude de l'analyse.

4.4.2 Échantillon pour essai sous la forme de copeaux

L'échantillon pour essai doit se présenter sous forme de copeaux de taille et de forme régulières. Ceux-ci peuvent être obtenus par des méthodes telles que perçage, fraisage ou tournage. Les copeaux ne doivent pas être prélevés sur une partie de l'échantillon qui a été affectée par la chaleur d'un outil de coupe.

Les outils, machines et conteneurs utilisés au cours de la préparation de l'échantillon doivent être nettoyés au préalable de manière à éviter toute contamination de l'échantillon pour essai.

L'usinage doit être effectué de telle sorte que les copeaux ne soient pas soumis à une surchauffe, mise en évidence par un changement dans leur couleur (bleuissement ou noircissement). La coloration inévitable des copeaux obtenue sur certains types d'aciers alliés, par exemple sur des aciers au manganèse et des aciers austénitiques, peut être minimisée en choisissant des outils et des vitesses de coupe appropriés.

Selon la technique d'analyse, un traitement thermique en atmosphère ou environnement appropriés (pour garantir que la composition chimique n'est pas altérée) peut être réalisé pour adoucir l'échantillon avant son usinage, à condition que le produit ait été soumis au même traitement thermique. Dans certains cas, notamment pour la détermination du carbone ou de l'oxygène, le traitement thermique n'est pas autorisé.

L'utilisation de liquides de refroidissement pendant l'usinage n'est admis que dans des cas exceptionnels; les copeaux doivent ensuite être nettoyés au moyen d'un solvant approprié qui ne laisse aucun dépôt.

Les copeaux doivent être soigneusement mélangés avant de peser la prise d'essai. Pour la plupart des applications, il est recommandé de mélanger les copeaux en faisant rouler le conteneur sur une surface horizontale et/ou en le faisant osciller modérément.

4.4.3 Échantillon pour essai sous la forme de fragments

Lorsque le perçage de l'échantillon pour obtenir des copeaux est irréalisable, l'échantillon doit être coupé ou brisé en morceaux. Les fragments doivent être broyés au moyen d'un mortier à percussion ou d'un broyeur vibrant, connu également sous le nom de broyeur à disques ou à anneaux, afin d'obtenir un échantillon pour essai en forme de petits fragments passant entièrement au travers d'un tamis à ouverture de mailles spécifiée.

Dans certaines applications destinées à la détermination du carbone par une méthode thermique d'analyse, l'échantillon est écrasé dans un mortier à percussion afin d'obtenir un échantillon pour essai en forme de fragments dont la taille des particules est d'environ de 1 mm à 2 mm.

Le matériel utilisé pour le broyage doit être constitué d'un matériau n'altérant pas la composition de l'échantillon. Des essais appropriés peuvent être nécessaires pour démontrer que l'utilisation d'un tel matériel n'affecte en aucune façon la composition de l'échantillon pour essai.

Le broyage ne doit pas servir à la préparation des échantillons de fonte graphitique.

L'opération de tamisage doit être effectuée en prenant toutes les précautions utiles pour éviter toute contamination ou toute perte de matière. Un soin particulier doit être apporté au tamisage de matériaux durs afin d'éviter d'endommager la toile du tamis.

L'échantillon pour essai doit être homogénéisé avant de peser la prise d'essai. Des petits fragments peuvent être homogénéisés par agitation.

ATTENTION — Des métaux finement divisés dont la taille des particules est inférieure à environ 150 µm risquent de prendre feu. Vérifier qu'il existe une ventilation appropriée pendant le broyage.

4.4.4 Échantillon pour essai en forme de bloc massif

4.4.4.1 Sélection de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai doit être obtenu en découpant, dans l'échantillon d'un lot ou dans l'échantillon pour laboratoire, un morceau de dimensions et de forme appropriées à la méthode d'analyse. Les échantillons doivent être coupés par sciage, tronçonnage au disque abrasif, cisailage ou poinçonnage.

À défaut d'indication dans la norme relative au produit, l'analyse par une méthode physique doit être effectuée sur la partie de l'échantillon correspondant à une section transversale du produit, à condition que le matériau soit suffisamment épais.

4.4.4.2 Préparation de la surface de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai doit être préparé de manière à présenter une surface appropriée à la méthode d'analyse. La préparation d'une surface pour l'analyse ne doit pas être effectuée sur une partie de l'échantillon qui a subi une altération thermique. Le matériel utilisé pour la préparation de l'échantillon doit être conçu de manière à réduire la surchauffe de l'échantillon et, s'il y a lieu, comporter un dispositif de refroidissement.

Les principaux types de machines servant à la préparation des surfaces sont les suivants:

- a) Une fraiseuse capable d'enlever le métal sur une profondeur prédéterminée de manière reproductible, utilisée avec des échantillons dont la gamme de dureté est appropriée au fraisage. Le matériel doit pouvoir être utilisé, si nécessaire, sur un échantillon prélevé dans un bain de fusion, lorsque l'échantillon est encore chaud.
- b) Une rectifieuse à tête fixe, tournante ou à cadre oscillant, capable d'enlever le métal sur une profondeur prédéterminée de manière reproductible.
- c) Une polisseuse à plateau, avec disques de polissage abrasifs, ou une machine à bandes abrasives en continues, susceptible d'être utilisée pour la préparation de la surface de l'échantillon pour essai selon des degrés de finition différents.
- d) Une grenailleuse utilisant du sable ou de la grenaille de décapage ou métallique, susceptible d'être utilisée dans des applications spéciales pour nettoyer la surface de l'échantillon pour essai.

Pour la préparation d'échantillons en acier à très faible teneur en carbone (UBC), il est recommandé d'utiliser une fraiseuse.

Après préparation, la surface de l'échantillon pour essai doit être plane et exempte de défauts risquant de nuire à l'exactitude de l'analyse.

Le découpage et la préparation de la surface peuvent être réalisés manuellement ou automatiquement. Dans le cas des échantillons prélevés sur les bains de fusion, des systèmes disponibles dans le commerce, qui effectuent automatiquement chaque étape de la préparation, peuvent être utilisés. Des systèmes destinés à la préparation automatique de la surface des échantillons de sonde à double épaisseur (voir [A.2.3 c](#)) et au poinçonnage des pastilles constituant des prises d'essai peuvent comprendre des dispositifs de sablage de l'échantillon.

NOTE Un traitement thermique en atmosphère ou environnement approprié (pour garantir que la composition chimique n'est pas altérée) peut être réalisé pour adoucir l'échantillon avant le poinçonnage.

Les matériaux abrasifs utilisés en phase finale de la préparation de l'échantillon pour essai doivent être choisis de sorte à éviter de contaminer la surface avec des éléments qui doivent être déterminés. La grosseur des grains de l'abrasif doit être conforme à la qualité de la finition de surface exigée pour la méthode d'analyse.

Dans le cas des méthodes spectrométriques d'émission optique, un abrasif d'une grosseur de grain de 60 à 120 convient généralement. Avec les méthodes spectrométriques de fluorescence de rayons X, il est primordial que la méthode choisie pour la préparation de la surface produise une qualité de finition

de surface reproductible d'un échantillon à l'autre. De plus, il est souhaitable que cette surface soit exempte de salissures.

L'effet des matières abrasives dépend de la méthode d'analyse. Avec des méthodes spectrométriques d'émission optique, le prééclatage nettoie généralement la surface de l'échantillon pour essai en volatilisant toutes les impuretés dues au meulage. Un soin particulier est toutefois exigé pour éviter toute contamination de la surface lorsqu'un nouveau disque abrasif est utilisé.

Avec les méthodes spectrométriques de fluorescence de rayons X, toutes les phases de préparation de la surface doivent être examinées quant aux effets de contamination potentiels de la surface.

L'échantillon pour essai doit être examiné visuellement après sa préparation pour confirmer que la surface est exempte de particules et ne présente aucune imperfection; l'échantillon doit être resurfacé ou éliminé s'il présente des imperfections. L'échantillon pour essai doit être sec et la surface préparée doit être soigneusement protégée contre tout risque de contamination.

4.4.5 Préparation d'un échantillon pour essai par refusion

Un échantillon se présentant sous forme de petits morceaux ou de copeaux, ou une partie de l'échantillon d'un lot lui-même, peut être refondu sous atmosphère d'argon au moyen d'équipements de fusion disponibles dans le commerce. L'échantillon est transformé en disque. Certains types d'équipements de refusion comportent des dispositifs destinés à la coulée par centrifugation du disque.

NOTE Généralement, l'échantillon est de 30 mm à 40 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur, ce qui convient pour une analyse par méthode physique.

Des pertes partielles de certains éléments peuvent se produire pendant le processus de refusion. Il est essentiel de s'assurer que toute volatilisation sélective, toute ségrégation d'éléments ou toute autre altération de la composition est quantitativement connue et n'influe pas de manière significative sur les résultats de l'analyse. Des essais appropriés doivent être effectués pour démontrer qu'une modification dans la composition est à la fois peu importante et reproductible.

Le matériel et la méthode employés pour la refusion doivent être conçus de manière à empêcher ou à minimiser une altération dans la composition et à garantir la reproductibilité de cette variation. Il convient d'utiliser un désoxydant, du zirconium à 0,1 % (en masse) par exemple, pendant la refusion.

Les métaux ferreux ne peuvent pas tous être refondus de cette manière.

Cette méthode ne doit pas être utilisée pour la préparation d'un échantillon destiné à la détermination d'un élément qui subit une altération importante et non reproductible de sa composition.

4.5 Mesures de sécurité

4.5.1 Protection du personnel

Un matériel de protection du personnel doit être prévu pour minimiser tout risque de blessure au cours des opérations de prélèvement et de préparation des échantillons. Ces mesures doivent inclure le port de vêtements de protection, de gants et de visières résistant aux projections, à utiliser lors du prélèvement de métal liquide, ainsi qu'une protection respiratoire à utiliser si nécessaire.

4.5.2 Machines

L'utilisation des machines destinées au prélèvement et à la préparation des échantillons doit se faire conformément aux normes nationales appropriées ou aux procédures adoptées par le fabricant.

4.5.3 Substances dangereuses

En ce qui concerne l'emploi de solvants pour le nettoyage et le séchage des échantillons et des prises d'essai, des références aux réglementations nationales correspondantes doivent être faites.