
**Ferro-nickel en grenailles —
Échantillonnage pour analyse**

Ferronickel shot — Sampling for analysis

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 8049:2016(F)

© ISO 2016

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Présentation et conditionnement du produit	1
4 Principe	1
5 Prélèvement de l'échantillon primaire, puis obtention de l'échantillon intermédiaire	2
5.1 Lots homogénéisés	2
5.1.1 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il existe une installation adéquate pour le prélèvement primaire	2
5.1.2 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il n'existe pas d'installation adéquate pour le prélèvement primaire	3
5.1.3 Prélèvement sur un lot conditionné en fûts	3
5.1.4 Prélèvement sur un lot conditionné en conteneurs	3
5.2 Cas particulier d'un lot constitué d'une seule coulée	5
6 Traitement de l'échantillon intermédiaire et obtention de l'échantillon secondaire	5
6.1 Généralités	5
6.2 Lot homogénéisé	5
6.3 Lot constitué d'une seule coulée	5
7 Refusion de l'échantillon secondaire	5
8 Utilisation des lingotins (prélèvements secondaires)	6
Annexe A (informative) Justification des nombres de prélèvements primaires et secondaires	8
Annexe B (informative) Méthodes de tirage d'un échantillon d'effectif N dans une livraison de M individus	17
Annexe C (informative) Conditions techniques de perçage ou de fraisage	21
Bibliographie	29

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 appelée 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8049:1988), qui a fait l'objet de la modification suivante: ajout du [paragraphe 5.1.4](#).

Ferro-nickel en grenailles — Échantillonnage pour analyse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'échantillonnage pour analyse de lots de ferro-nickel en grenailles tels qu'ils sont décrits dans l'ISO 6501, dans les cas où les lots sont constitués soit coulée par coulée, soit par reprise sur stock homogénéisé.

L'objectif est de déterminer des teneurs en différents éléments:

- soit sur pastilles massives par des méthodes physiques d'analyse (fluorescence X ou analyse spectrale d'émission); ou
- soit sur copeaux, par voie sèche (carbone, soufre) ou par voie chimique (autres éléments).

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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 513:2012, *Classification et application des matériaux durs de coupe pour enlèvement de métal avec arêtes coupantes définies — Définition des groupes principaux et des groupes d'application*.

3 Présentation et conditionnement du produit

Dimension des grains: comprise entre 3 mm et 50 mm.

Tonnage des lots: supérieur ou égal à 5 t.

Dans le cas des lots constitués par reprise sur stock homogénéisé, la fourchette k à $(k + n)$ % concernant les teneurs en nickel des coulées mélangées peut être choisie de la façon suivante:

- $15 \leq k \leq 59$;
- $1 \leq n \leq 5$;
- $16 \leq k + n \leq 60$.

NOTE Le cas des lots non homogénéisés (dans ce cas, $n \leq 1$) n'est pas traité dans la présente Norme internationale.

Le ferro-nickel en grenailles est généralement livré en vrac, conditionné en camions, en conteneurs ou en wagons dont les masses contenues sont généralement comprises entre 5 t et 30 t (jusqu'à 60 t pour les wagons).

Ce matériau peut également être livré en fûts (par exemple, de masse contenue de 250 kg).

4 Principe

Dans une coulée unique, l'homogénéité intergrain est, en pratique, assurée. Il est donc très facile d'obtenir à l'aide d'un petit nombre de «prélèvements primaires», un «échantillon primaire» représentatif.

Dans le cas d'un lot homogénéisé composé de plusieurs coulées, il convient de réaliser un plus grand nombre, N_p , de prélèvements primaires, mais l'ensemble constitue toujours l'échantillon primaire.

Après homogénéisation et divisions en masse de l'échantillon primaire, on obtient un «échantillon intermédiaire» de masse raisonnable pour être envoyé au laboratoire. Le traitement de cet échantillon intermédiaire permet d'obtenir un «échantillon secondaire» qui sera fractionné en N_s «prélèvements secondaires» ne dépassant pas, pour chacun d'eux, la masse de 1 kg.

Chacun de ces prélèvements secondaires est refondu dans des conditions adéquates pour qu'il n'y ait pas de variation de composition, dans le but d'obtenir N_s lingotins homogènes (homogénéité intra-lingotin).

NOTE Il est généralement admis que 1 kg est la masse maximale qu'un four de laboratoire peut refondre dans les conditions requises. D'après la distribution granulométrique des grenailles, il est souvent nécessaire que l'échantillon secondaire dépasse 1 kg pour être représentatif, d'où la fusion de plusieurs lingotins. Voir la justification statistique dans l'[Annexe A](#).

Ces lingotins sont soit utilisés pour analyse par méthode physico-chimique, soit usinés pour obtention de copeaux servant à des analyses chimiques (ce mode opératoire est résumé sur le schéma de la [Figure A.1](#)).

5 Prélèvement de l'échantillon primaire, puis obtention de l'échantillon intermédiaire

5.1 Lots homogénéisés

5.1.1 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il existe une installation adéquate pour le prélèvement primaire

Ce prélèvement peut se faire, par exemple, par déversement des grenailles dans une trémie et reprise par un transporteur à bande. En aval de la chute de ce transporteur, on peut:

- soit avoir une véritable installation d'échantillonnage respectant les règles de l'art de l'échantillonnage des matières morcelées (par exemple un échantillonneur traversier);
- soit effectuer des prélèvements régulièrement espacés à l'aide d'une pelle mécanique dont on utilise le godet pour intercepter le jet de grenailles de façon représentative.

Dans ce cas, la masse de chaque prélèvement primaire ne doit pas être inférieure à 20 kg et est généralement comprise entre 20 kg et 50 kg.

Le nombre minimal de prélèvements primaires N_p à réaliser est indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Nombre minimal de prélèvements primaires à réaliser

	Tonnage	Étendue de la fourchette n de teneurs en nickel				
		$n < 1$	$1 \leq n < 2$	$2 \leq n < 3$	$3 \leq n < 4$	$4 \leq n \leq 5$
Nombre de prélèvements primaires N_p	5 à 50	5	10	15	20	30
	50 à 200	7	12	17	22	35
	200 à 500	10	15	20	25	40
	500 à 2 500	15	20	25	30	45
Nombre de prélèvements secondaires N_s^a		1	2	3	4	5

^a Ceci indique le nombre de lingotins à refondre dans l'hypothèse de 1 kg par lingotin (si la masse maximale que l'on peut refondre est $1/x$ kg, le nombre de lingotins à refondre est $x \times N_s$).

L'échantillon primaire ainsi obtenu doit ensuite être divisé en masse, en vue d'obtenir un échantillon intermédiaire d'une masse raisonnable pour le transport au laboratoire et le traitement ultérieur, par exemple entre 20 kg et 50 kg.

Cette opération peut être réalisée avec des appareils automatiques (diviseurs rotatifs, par exemple) de dimensions convenables vis-à-vis de la granularité des grains manipulés.

À défaut, il faut réaliser manuellement des homogénéisations suivies de divisions en masse à partir de l'ensemble du prélèvement primaire mis en tas. Le pelletage alterné est le meilleur moyen de réaliser ces successions d'opérations. Il est recommandé d'utiliser des pelles à bords latéraux nettement relevés afin d'éviter au mieux l'écoulement de la matière pendant le pelletage (type « pelle à charbon »).

Par exemple, on conservera le contenu d'une pelle sur cinq (ou un chiffre inférieur à cinq) en tournant régulièrement autour du tas et on répètera un nombre de fois suffisant les opérations pour l'obtention d'un échantillon intermédiaire compris entre 20 kg et 50 kg.

5.1.2 Prélèvement sur manipulation en vrac dans le cas où il n'existe pas d'installation adéquate pour le prélèvement primaire

Il faut alors manipuler manuellement chaque entité à contrôler (camion, wagon, conteneur, etc.) par pelletage alterné. Le nombre d'entités à contrôler est le nombre N_p du [Tableau 1](#) ou le nombre total d'entités s'il est inférieur à N_p . On peut, à cet effet, appliquer les règles de prélèvements au hasard de l'[Annexe B](#).

EXEMPLE Pour un camion de 20 t déchargé sur le sol, le traitement manuel pourra être:

- pelletage des 20 t en gardant 1 pelle sur 5;
- pelletage des 4 t obtenues en gardant 1 pelle sur 5;
- pelletage des 800 kg obtenus en gardant 1 pelle sur 5;
- pelletage des 160 kg obtenus en gardant 1 pelle sur 5;
- envoi au laboratoire des 32 kg obtenus.

Dans cet exemple, on obtient un échantillon intermédiaire pour l'entité contrôlée.

Si on contrôle plusieurs entités issues d'un même lot, on peut mélanger les échantillons intermédiaires de chaque entité et refaire des divisions en masse jusqu'à obtention d'un échantillon intermédiaire représentant le lot. Dans ce cas, l'échantillon intermédiaire par entité contrôlée peut être réduit dans la fourchette 10 kg à 20 kg.

5.1.3 Prélèvement sur un lot conditionné en fûts

Le nombre de fûts sur lesquels il convient d'effectuer des prélèvements est le nombre N_p du [Tableau 1](#) ou le nombre total de fûts s'il est inférieur à N_p .

NOTE En général, le conditionnement par fûts se pratique pour des lots de faible tonnage. C'est donc le plus souvent la première ligne du tableau qui s'applique.

On prélève ensuite, au minimum, 1 kg de grenailles par fût sélectionné, ou plus si nécessaire, afin d'obtenir une masse supérieure à 20 kg, et généralement comprise entre 20 kg et 50 kg.

Si le contenu des fûts est supposé homogène, on peut se contenter de prélever à la surface de chaque fût. Dans le cas contraire, il est nécessaire de vider les fûts et de prélever par pelletage alterné.

5.1.4 Prélèvement sur un lot conditionné en conteneurs

5.1.4.1 Principe

Cette méthode de prélèvement ne peut être appliquée que pour déterminer la teneur en nickel (Ni).

Cette proposition vise à simplifier le mode de prélèvement d'une livraison de ferro-nickel sur le site du client. En général:

- l'utilisateur final ne dispose pas d'installation appropriée pour procéder au prélèvement du produit en stricte conformité avec la présente norme; et
- lorsque l'utilisateur final obtient les résultats de l'analyse à la livraison, le lot est déjà partiellement ou totalement consommé et, par conséquent, aucun autre prélèvement contradictoire n'est possible.

Ce mode opératoire ne peut être appliqué que dans le cas d'un lot homogénéisé qui a été constitué avec plusieurs coulées (présentant différentes analyses chimiques) stockées dans une grande stalle. Lorsque la stalle est pleine, elle doit être homogénéisée et il convient que ses paramètres d'exactitude et de fiabilité soient déterminés.

L'exactitude est la différence de teneurs en Ni entre la première et la dernière coulée.

La fiabilité est la plus grande différence de teneurs en Ni entre deux coulées.

Les valeurs de ces deux paramètres détermineront le déroulement de l'analyse du lot du client:

- en-deçà de certaines valeurs, l'analyse du lot sera celle de la stalle;
- au-dessus de ces valeurs, le lot du client sera prélevé pendant le chargement des conteneurs et l'analyse sera celle de l'échantillon représentatif du lot.

5.1.4.2 Méthode de prélèvement

Si les conditions précédemment décrites sont satisfaites pour la stalle, un seul conteneur (pris au hasard) du lot du client peut être prélevé.

EXEMPLE Pour un conteneur de 20 t, la méthode de prélèvement pourra être:

- prélever un minimum de 16 portions d'environ 5 kg de grenailles largement dispersées dans la masse de métal (dans le conteneur ou étalées sur un sol propre), 8 en surface et 8 dans la masse, afin d'obtenir un échantillon de 80 kg environ;
- homogénéiser cet échantillon à l'aide d'un diviseur à couloirs (D62 au minimum) ou par pelletage alterné;
- effectuer des divisions successives à l'aide d'un diviseur à couloirs adapté ou par pelletage alterné, afin d'obtenir finalement deux échantillons jumeaux d'environ 5 kg à conditionner dans des sacs plastiques scellés et étiquetés avec la référence du lot;
- le premier échantillon est destiné à la préparation et l'analyse en laboratoire, le second est conservé en vue d'un éventuel contrôle complémentaire.

On détermine alors la teneur en Ni en utilisant la méthode d'analyse appropriée, puis on la compare à celle de la stalle de la manière suivante:

- si $x - 3' \sigma_s < X_c < x + 3' \sigma_s$, le lot du client est conforme au certificat d'analyse du fournisseur;
- si X_c est en dehors de l'intervalle, le lot du client n'est pas conforme au certificat d'analyse du fournisseur;

où

X_c est la teneur en Ni (obtenue par le client à réception du lot) dans le conteneur prélevé;

x est la teneur en Ni mentionnée sur le certificat d'analyse du fournisseur;

σ_s est l'écart-type calculé de la teneur en Ni dans les conteneurs;

où

$$\sigma_s = \sigma_e (1 - \rho_h)$$

où

σ_e est l'écart-type calculé des teneurs en Ni des coulées constituant la stalle;

ρ_h est le taux d'homogénéisation de la stalle (déterminé par le fournisseur).

5.2 Cas particulier d'un lot constitué d'une seule coulée

L'homogénéité inter-grain étant assurée, il suffit de prélever la quantité minimale de matière permettant de refondre un lingotin (1 kg par exemple).

Si l'on désire prendre une garantie supplémentaire, on peut réaliser un petit nombre de prélèvements primaires (soit par prélèvement sur lot en vrac, soit par sélection de fûts), par exemple 3 à 5, les homogénéiser et, par division en masse, obtenir un échantillon intermédiaire de 5 kg à 10 kg.

Si l'on ne suppose pas, a priori, que le lot est constitué d'une seule coulée, l'un des modes opératoires décrits en [5.1](#) doit être appliqué.

6 Traitement de l'échantillon intermédiaire et obtention de l'échantillon secondaire

6.1 Généralités

Ce traitement est généralement pratiqué dans l'atelier d'échantillonnage du laboratoire.

6.2 Lot homogénéisé

L'échantillon intermédiaire est homogénéisé, puis divisé en masse, de préférence à l'aide d'un diviseur à couloirs de dimensions adéquates ou, à défaut, par pelletage alterné, jusqu'à obtention d'une masse égale ou légèrement supérieure à celle qui est exprimée en kilogrammes sur la dernière ligne du [Tableau 1](#). Dans ce tableau, N_s est le nombre de lingotins à refondre lorsqu'on peut fondre 1 kg de matière en une seule opération (si les fusions se font par masse de $1/x$ kg, le nombre de lingotins à refondre est de $x \times N_s$).

La largeur du tamis doit être au moins égale au triple du diamètre moyen des plus grosses grenailles.

La masse définie par la règle ci-dessus est celle qui doit être refondue et doit participer à une analyse que l'on veut représentative. Si l'on désire garder une souche ou un second échantillon secondaire non refondu, il faut mettre de côté la quantité de matière correspondante lors des divisions en masse.

6.3 Lot constitué d'une seule coulée

Il suffit, pour être représentatif, d'obtenir un lingotin de masse comprise entre 250 g et 1 000 g. Ce lingotin est obtenu par homogénéisation et division en masse à partir de l'échantillon intermédiaire fourni en [5.2](#) jusqu'à obtention de la masse nécessaire pour la refusion.

7 Refusion de l'échantillon secondaire

Elle doit se faire dans des conditions telles qu'il n'y ait aucune variation de teneur (soit pour Ni, soit pour les impuretés à contrôler) ni pendant la fusion, ni pendant la coulée de l'éprouvette finale (pastilles, rondelles ou lingotins).