

---

---

**Fontes — Détermination du carbone  
non combiné — Méthode par  
absorption dans l'infrarouge après  
combustion dans un four à induction**

*Cast irons — Determination of non-combined carbon content —  
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)



# Sample Document

get full document from [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)



## DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

|                                                                                                                                      |           |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Avant-propos</b>                                                                                                                  | <b>iv</b> |
| <b>1 Domaine d'application</b>                                                                                                       | <b>1</b>  |
| <b>2 Références normatives</b>                                                                                                       | <b>1</b>  |
| <b>3 Termes et définitions</b>                                                                                                       | <b>1</b>  |
| <b>4 Principe</b>                                                                                                                    | <b>1</b>  |
| <b>5 Réactifs</b>                                                                                                                    | <b>2</b>  |
| <b>6 Appareillage</b>                                                                                                                | <b>3</b>  |
| <b>7 Prélèvement</b>                                                                                                                 | <b>3</b>  |
| <b>8 Mode opératoire</b>                                                                                                             | <b>3</b>  |
| 8.1 Instructions générales d'utilisation                                                                                             | 3         |
| 8.2 Prise d'essai                                                                                                                    | 4         |
| 8.3 Essai à blanc                                                                                                                    | 4         |
| 8.4 Détermination                                                                                                                    | 4         |
| 8.4.1 Mise en solution de la prise d'essai                                                                                           | 4         |
| 8.4.2 Filtration du carbone non combiné                                                                                              | 4         |
| 8.4.3 Mesurages                                                                                                                      | 5         |
| 8.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage                                                                                          | 5         |
| 8.5.1 Etalonnage à partir de produits primaires                                                                                      | 5         |
| 8.5.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés                                                                        | 6         |
| <b>9 Expression des résultats</b>                                                                                                    | <b>6</b>  |
| 9.1 Etalonnage à partir de produits primaires                                                                                        | 6         |
| 9.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés                                                                          | 6         |
| <b>10 Fidélité</b>                                                                                                                   | <b>7</b>  |
| <b>11 Notes relatives au mode opératoire</b>                                                                                         | <b>7</b>  |
| 11.1 Essais à blanc préliminaires                                                                                                    | 7         |
| 11.2 Essais préliminaires sur des matériaux de référence certifiés                                                                   | 8         |
| <b>12 Rapport d'essais</b>                                                                                                           | <b>8</b>  |
| <b>Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international</b>                               | <b>9</b>  |
| <b>Annexe B (informative) Comparaison entre les résultats du premier et du deuxième essai de fidélité</b>                            | <b>11</b> |
| <b>Annexe C (informative) Effet des fractions fines dans un échantillon sur la détermination de la teneur en carbone non combiné</b> | <b>12</b> |
| <b>Bibliographie</b>                                                                                                                 | <b>15</b> |

## 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](http://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](http://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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/foreword.html](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 17, *Acier*, Sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Cette première édition de Spécification Technique remplace la première édition du Rapport Technique (ISO/TR 10719:1994), qui a été techniquement révisé. Les modifications suivantes ont été apportées:

- les aciers ont été supprimés du champ d'application;
- ajout de la possibilité d'établir la courbe d'étalonnage au moyen de matériaux de référence certifiés;
- révision de l'évaluation des données de fidélité.

# Fontes — Détermination du carbone non combiné — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en carbone non combiné dans les fontes par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.

La méthode est applicable aux teneurs en carbone non combiné comprises entre 1,0 % (fraction massique) et 3 % (fraction massique).

Les éléments habituellement présents n'interfèrent pas. Cependant, quelques fontes alliées, lorsqu'elles subissent un important traitement thermique, contiennent des carbures qui ne sont pas solubles dans les conditions décrites dans la présente méthode et peuvent conduire à des valeurs en carbone non combiné par excès.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à son application. 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 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

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 pour la normalisation aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible sur <http://www.electropedia.org/>
- Plateforme de navigation en ligne ISO: disponible sur <https://www.iso.org/obp>

### 3.1

#### **carbone non combiné**

carbone graphitique

carbone qui n'est pas dissous par le méthanol et les acides nitrique et fluorhydrique

## 4 Principe

Décomposition d'une prise d'essai par l'acide nitrique en présence de méthanol et traitement par l'acide fluorhydrique. Séparation du carbone non combiné par filtration sur un filtre en fibre de verre.

Combustion, à haute température et sous courant d'oxygène, du filtre en fibre de verre contenant le carbone non combiné, dans un four à induction à haute fréquence en présence de fer pur et d'un accélérateur. Transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou en monoxyde de carbone.

Mesurage par absorption infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone sous courant d'oxygène comme gaz porteur.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau à faible teneur en matières organiques, c'est-à-dire de qualité 2 ou 1, comme spécifié par l'ISO 3696.

### 5.1 Eau, exempte de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau pendant 30 min, refroidir à température ambiante et faire barboter de l'oxygène (5.2) pendant 15 min. Préparer au moment de l'emploi.

### 5.2 Oxygène, pureté minimale 99,5 % (fraction volumique).

Si on soupçonne l'oxygène de contenir des polluants organiques, un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine], chauffé à une température supérieure à 450 °C doit être placé avant l'unité de purification.

### 5.3 Fer pur, à teneur en carbone inférieure à 0,001 0 % (fraction massique).

### 5.4 Solvant, approprié au nettoyage des échantillons souillés de graisse ou sales, par exemple, acétone.

### 5.5 Méthanol, pureté minimale 99,5 % (fraction volumique).

### 5.6 Carbonate de baryum.

Sécher le carbonate de baryum [pureté minimale 99,5 % (fraction massique)] entre 105 °C et 110 °C pendant 3 h et refroidir dans un dessiccateur avant emploi.

### 5.7 Matériaux de référence certifiés de fonte (MRCs), à teneurs en carbone comprises entre 1 % à 3 % (fraction massique).

Les fontes à utiliser à cette fin doivent être à structure blanche.

### 5.8 Accélérateur.

Cuivre, mélange tungstène-étain ou tungstène à teneur en carbone inférieure à 0,001 0 % (fraction massique).

### 5.9 Acide nitrique, $\rho$ environ 1,40 g/ml.

### 5.10 Acide fluorhydrique, $\rho$ environ 1,15 g/ml.

### 5.11 Acide chlorhydrique, $\rho$ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

### 5.12 Hydroxyde de sodium, solution à 120 g/l.

Dissoudre précautionneusement 60 g d'hydroxyde de sodium dans environ 200 ml d'eau (5.1). Après dissolution complète, refroidir, diluer à 500 ml avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans un flacon en plastique.

### 5.13 Perchlorate de magnésium [Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>], granulométrie de 0,7 mm à 1,2 mm.

**5.14 Céramique inerte** (attapulгите), imprégnée d'hydroxyde de sodium, granulométrie de 0,7 mm à 1,2 mm.

## 6 Appareillage

L'appareillage nécessaire à la combustion dans un four à induction à haute fréquence et au mesurage consécutif par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone dégagé(s) peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants. Suivre les instructions du fabricant pour l'utilisation de l'appareil. Un régulateur de pression est nécessaire pour contrôler la pression d'oxygène vers le four, selon les spécifications du fabricant.

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

**6.1 Filtre, en fibre de verre**, de 47 mm de diamètre et de 0,3 µm de taille des pores.

**6.2 Appareil de filtration sous vide**, pour utilisation de filtres en fibre de verre de 47 mm (6.1) et résistant aux acides.

**6.3 Creuset en céramique**, résistant à la combustion dans un four à induction.

Calciner les creusets dans un four électrique, à l'air ou sous courant d'oxygène, pendant au moins 2 h à 1 100 °C et conserver dans un dessiccateur avant emploi.

## 7 Prélèvement

Le prélèvement doit être effectué conformément à l'ISO 14284 ou des normes nationales appropriées relatives aux fontes (voir [Annexe C](#)).

NOTE Pour les fontes, utiliser des copeaux de plus de 2 mm de longueur. Pour les fontes à graphite sphéroïdal, utiliser des fragments d'approximativement 10 mm x 10 mm 0,3 mm.

## 8 Mode opératoire

### CONSIGNES DE SÉCURITÉ

**Les risques entraînés par une analyse avec combustion sont principalement des risques de brûlure lors de la pré-calcination des creusets en céramique et lors des fusions. Utiliser toujours des pinces à creuset et des récipients appropriés pour les creusets usagés. Les précautions normales pour manipuler les bouteilles d'oxygène doivent être prises. L'oxygène utilisé pour la combustion doit être éliminé efficacement de l'appareillage, car une concentration élevée en oxygène dans un espace confiné peut engendrer des risques d'incendie.**

**Ne pas mélanger le méthanol avec de l'acide nitrique concentré à cause des risques d'explosion.**

### 8.1 Instructions générales d'utilisation

Purifier l'alimentation en oxygène (5.2) en utilisant des tubes garnis, l'un de céramique inerte (5.14), imprégnée d'hydroxyde de sodium et l'autre de perchlorate de magnésium (5.13) et maintenir un débit suffisant en mode veille. Maintenir un filtre en fibre de verre ou une grille en acier inoxydable comme collecteur de poussière. Le nettoyer et le changer à chaque fois que cela s'avère nécessaire. Nettoyer fréquemment l'enceinte du four, la colonne support et le piège du filtre pour éliminer les accumulations d'oxydes.

Lorsque l'alimentation principale est mise sous tension après une période de coupure prolongée, laissez l'équipement se stabiliser pendant la durée recommandée par le fabricant de l'équipement.