

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION
ESSAIS DES MATERIAUX METALLIQUES

LAB GTA 16

Révision 02



SOMMAIRE

1.	AVANT PROPOS.....	4
2.	OBJET DU DOCUMENT.....	5
3.	DEFINITIONS ET REFERENCES.....	5
3.1	Domaines techniques.....	5
3.2	Références.....	5
3.2.1	Normes et documents techniques.....	5
3.2.2	Documents Cofrac.....	6
4.	DOMAINE D'APPLICATION.....	7
5.	MODALITES D'APPLICATION.....	7
6.	SYNTHESE DES MODIFICATIONS.....	7
7.	PORTEES D'ACCREDITATION.....	7
8.	ESTIMATION DES INCERTITUDES.....	8
9.	RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS MECANIQUES.....	8
9.1	Objet soumis à essai.....	8
9.2	Préparation des échantillons.....	8
9.2.1	Découpe et usinage des éprouvettes.....	8
9.2.2	Traitement thermique.....	8
9.2.3	Recommandations en cas d'externalisation de la préparation de l'échantillon.....	9
9.3	Équipements et matériels.....	9
9.3.1	Raccordement et vérification.....	9
9.3.2	Logiciels d'acquisition.....	9
9.4	Maitrise des équipements.....	10
10.	RECOMMANDATIONS LIEES AUX EXAMENS METALLOGRAPHIQUES.....	10
10.1	Préparation des échantillons.....	10
10.1.1	Prélèvement de l'échantillon.....	10
10.1.2	Conditions d'enrobage et préparation de l'état de surface.....	10
10.1.3	Attaque chimique et/ou électrolytique.....	10
10.2	Equipements et matériels.....	11
10.2.1	Microscope et banc macroscopique.....	11
10.2.2	Appareil de microdureté.....	11
10.2.3	Logiciels d'acquisition et de traitement d'image.....	11
11.	RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE DETERMINATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE.....	12
11.1	Portée relative aux essais de détermination de la composition chimique.....	12

11.2	Objet soumis à analyse	12
11.2.1	Répertoire des matrices	12
11.2.2	Prélèvement et préparation des échantillons	14
11.3	Techniques analytiques	14
11.4	Equipements et matériels	15
11.5	Description d'une méthode d'essai	15
11.6	Etalonnage	15
11.7	Evaluation des incertitudes	16
12.	RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE CORROSION	16
12.1	Portée relative aux essais de corrosion.....	16
12.2	Préparation des échantillons par traitement thermique de sensibilisation.....	16
12.3	Milieu d'essai	16
13.	PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES	16
14.	ANNEXE 1 : EXEMPLES DE PORTEES D'ACCREDITATION	17
14.1	Essais mécaniques	17
14.2	Essais métallographiques.....	22
14.4	Essais d'analyses physico-chimiques.....	25

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

1. AVANT PROPOS

Dans le cadre de la réforme engagée par la Section Laboratoires du Cofrac, les compétences techniques sur lesquelles le Cofrac établit l'accréditation dans le domaine des essais métallurgiques ont été identifiées. Ces compétences, déclinées en fonction des techniques utilisées, sont les suivantes :

- les essais mécaniques ;
- les essais d'endurance ou de fatigue ;
- les examens métallographiques ;
- les essais physiques ;
- les déterminations de la composition chimique ;
- les essais de corrosion.

Les programmes ou « hors programmes » relatifs aux essais des matériaux métalliques ont été abrogés.

Ce document se substitue donc aux programmes n° 29- 1, n° 29-2, n° 29-4, n° 29-5, ainsi qu'aux essais « hors programmes » relatifs aux différentes compétences précitées.

Par ailleurs, le Cofrac a mis en place un système de nomenclature de gestion des essais. Le tableau ci-dessous établit la correspondance entre le système de nomenclature et les programmes abrogés.

Libellé ex-programme	Domaine	Sous-domaine	Famille
Essais des matériaux métalliques : essais mécaniques (29-1)	Matériaux	Matériaux métalliques	<ul style="list-style-type: none"> • Essais mécaniques • Essais d'endurance ou de fatigue
Essais des matériaux métalliques: détermination de la composition chimique des métaux ferreux et non ferreux (29-2)			<ul style="list-style-type: none"> • Analyses physico-chimiques
Essais des matériaux métalliques : essais physiques et physico- chimiques (29-4)			<ul style="list-style-type: none"> • Essais métallographiques • Essais physiques • Essais en environnement climatique
Essais des matériaux métalliques : essais sur assemblages soudés (29-5)			<ul style="list-style-type: none"> • Essais mécaniques • Essais d'endurance ou de fatigue • Essais métallographiques • Essais physiques • Essais en environnement climatique

2. OBJET DU DOCUMENT

La norme NF EN ISO/CEI 17025 définit les prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'analyses, d'essais et d'étalonnages. En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) présente un état des lieux des bonnes pratiques dans le domaine des essais des matériaux métalliques et établit des recommandations résultant de l'application de cette norme aux domaines de compétences recensés aux chapitres 9 à 12. Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est invité à appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement aux exigences de la norme précitée.

3. DEFINITIONS ET REFERENCES

3.1 Domaines techniques

Les domaines techniques sur lesquels le Cofrac établit l'accréditation sont les suivants :

- **les essais mécaniques** qui ont pour but de caractériser le comportement d'un matériau ou d'un assemblage métallique en fonction de sollicitations mécaniques déterminées ;
- **les examens métallographiques** qui ont pour but de caractériser la structure et / ou la compacité d'un matériau ou d'un assemblage métallique à l'échelle macrographique ou micrographique. Les critères retenus sont alors des critères d'ordre morphologique, de répartition de phases, grosseur de grain, examens fractographiques, examen de fissures, propreté inclusionnaire, mesure dimensionnelle, etc ;
- **les déterminations de la composition chimique** qui permettent de quantifier la composition élémentaire d'un matériau métallique sur échantillon solide ou par voie humide ;
- **les essais de corrosion** qui permettent de caractériser le comportement d'un matériau ou d'un assemblage métallique à la corrosion (saline, acide, etc.). Cela comprend également les essais électrochimiques.

3.2 Références

Il convient d'appliquer la dernière version des normes et documents, sauf obligation réglementaire ou contractuelle. Le laboratoire, s'il le souhaite, peut utiliser d'autres méthodes dérivées ou d'autres références, ou bien appliquer ses propres méthodes dès lors qu'il justifie son choix et qu'il valide les méthodes et les performances métrologiques associées. Le présent document fait référence aux documents ci-après :

3.2.1 *Normes et documents techniques*

- **NF EN ISO/CEI 17025** : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ;
- **FD X07-021** : Métrologie et applications de la statistique - Aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais ;
- **Guide EURACHEM/CITAC** : Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques (téléchargeable sur www.lne.fr) ;

- **Guide EURACHEM/CITAC** : Guide pour la qualité en chimie analytique, aide pour l'accréditation (téléchargeable sur www.eurachem.org ou www.lne.fr) ;
- **Annexe au projet METREAU du LNE** : Guide méthodologique pour l'estimation des incertitudes en analyse chimique (téléchargeable sur www.lne.fr) ;
- **JCGM 100:2008 (GUM 1995 avec des corrections mineures)** : Évaluation des données de mesure - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure ;
- **FD X15-140** : Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification ;
- **ISO 4965-2** : Matériaux métalliques - Étalonnage de la force dynamique uniaxiale pour les essais de fatigue - Partie 2 : instrumentation pour équipement d'étalonnage dynamique ;
- **NF A05-150** : Produits en acier - Techniques d'examen micrographique ;
- **FD CEN ISO/TR 16060** : Essais destructifs des soudures sur matériaux métalliques - Réactifs pour examen macroscopique et microscopique ;
- **FD CEN/TR 10317** : Matériaux de référence certifiés européens (EURONORM-MRC) destinés à la détermination de la composition chimique des produits en acier et en fonte préparés sous les auspices du comité européen de normalisation du fer et de l'acier (ECISS).

3.2.2 Documents Cofrac

- **LAB REF 02** : Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 ;
- **LAB REF 05** : Règlement d'accréditation ;
- **LAB REF 08** : Expression et évaluation des portées d'accréditation.

LA VERSION ELECTRONIQUE N'EST PAS

4. DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide s'adresse :

- aux laboratoires d'analyses et d'essais dans le domaine des matériaux métalliques ;
- aux évaluateurs du Cofrac, et constitue en outre une base d'harmonisation à leur usage ;
- aux membres des instances du Cofrac (Comité de Section, Commission d'Accréditation « Physique Mécanique », Commission d'Accréditation « Chimie Environnement » ;
- aux membres de la structure permanente du Cofrac.

5. MODALITES D'APPLICATION

Le présent guide technique d'accréditation est applicable à compter du **05 Avril 2018**.

6. SYNTHESE DES MODIFICATIONS

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document.

Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation, telles que définies dans le document LAB REF 08. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

7. PORTEES D'ACCREDITATION

L'expression de la compétence d'un organisme est décrite dans sa portée d'accréditation. Les éléments nécessaires pour l'expression des portées d'accréditation ainsi que les définitions des niveaux de flexibilité sont décrits dans le document Cofrac LAB REF 08. Ainsi, pour une méthode d'essais déterminée, la portée comprendra :

- la désignation de l'objet soumis à l'essai ;
- la nature de l'essai ou de l'analyse ;
- la caractéristique mesurée ou recherchée ;
- la référence de la méthode employée ;
- le principe de la méthode, s'il y a lieu ;
- les principaux moyens d'essai mis en œuvre, s'il y a lieu ;
- le domaine d'application, s'il y a lieu ;
- tout autre commentaire utile.

Des exemples de portées d'accréditation pour plusieurs essais mécaniques sont annexés au présent document (cf. paragraphe 13).

8. ESTIMATION DES INCERTITUDES

L'estimation des incertitudes est effectuée conformément aux dispositions du document LAB REF 02.

9. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS MECANIQUES

9.1 Objet soumis à essai

Les objets soumis à essais sont définis en termes de nature des matériaux testés et de produits. Bien que la majeure partie des essais mécaniques soit effectuée sur des éprouvettes, celles-ci peuvent être prélevées à partir de produits très différents (tôles, fils, barres, tubes, pièces moulées, pièces forgées, assemblages soudés, autres assemblages permanents, etc.). Il est donc recommandé que le laboratoire s'assure qu'il est en mesure de mettre en œuvre l'essai à partir des produits qui lui sont confiés et qu'il maîtrise la préparation des éprouvettes, même lorsque cette étape est confiée à un usineur externe ainsi que les éventuels traitements thermiques des échantillons.

9.2 Préparation des échantillons

9.2.1 *Découpe et usinage des éprouvettes*

Afin de répondre aux exigences du chapitre 5.4 du référentiel d'accréditation NF EN ISO/CEI 17025, du document Cofrac LAB REF 02 et des normes d'essais, les organismes réalisant des essais mécaniques maîtrisent l'ensemble des paramètres critiques de découpe des échantillons et d'usinage. Concernant la dissection d'un échantillon, le laboratoire s'assure que cette étape préserve la nature et l'intégrité de celui-ci. Que l'usinage soit réalisé par le laboratoire lui-même ou confié à un prestataire, il est nécessaire de s'assurer du respect des spécifications concernant :

- les modalités de prélèvement, de repérage et de marquage des éprouvettes (méthodologie : position, orientation, sens, etc.) ;
- les méthodes, moyens et gammes d'usinage employés ;
- les critères dimensionnels tels que la longueur, la rugosité, la perpendicularité, le parallélisme, l'état de surface, le rayon de fond d'entaille, les congés de raccordement, les défauts de forme, etc.

Nota : D'autres paramètres peuvent également être contrôlés en fonction du besoin, comme les contraintes résiduelles en surface par exemple. Il convient de s'assurer que les équipements utilisés pour ces contrôles aboutissent à une mesure ayant une exactitude suffisante, lorsque celle-ci est spécifiée dans la méthode d'essai tout en assurant une traçabilité du mesurage au système International d'unités (SI).

9.2.2 *Traitement thermique*

Il appartient au laboratoire de maîtriser et documenter l'ensemble des aspects liés aux opérations de traitement thermique (détente, revenu, etc.) avant la réalisation des essais, lorsque celles-ci sont à sa charge. Ces opérations pouvant influencer fortement sur les propriétés du matériau, les conditions de température et d'homogénéité des milieux de traitement devront être maîtrisées.

9.2.3 *Recommandations en cas d'externalisation de la préparation de l'échantillon*

Dans le cas où l'usinage est confié à un prestataire, il convient de se référer aux chapitres 4.5 et 4.6 de la norme NF EN ISO/CEI 17025.

En complément, à titre d'exemple, les résultats des campagnes de comparaisons interlaboratoires peuvent être utilisés dans le cadre de l'évaluation des fournisseurs.

9.3 Équipements et matériels

Il convient de s'assurer de la mise en œuvre pertinente des moyens d'essais utilisés au regard des caractéristiques mesurées. Par exemple, afin de déterminer la limite conventionnelle d'élasticité à 0,2% ($R_{p0,2}$), il est nécessaire de posséder et de mettre en œuvre les moyens de mesures extensométriques, de mesures de force, sur les échelles utiles et de pilotage de la machine de traction adéquats.

9.3.1 *Raccordement et vérification*

Le respect des exigences en termes de raccordement des équipements et de traçabilité du mesurage au SI doit faire l'objet d'une attention particulière au sein du laboratoire. Ces exigences sont à la fois celles des méthodes d'essais, des paragraphes 5.5 et 5.6 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document Cofrac LAB REF 02.

En cas d'utilisation de matériau ou éprouvettes de référence pour effectuer les vérifications, le rattachement au Système International doit être également assuré et documenté.

Les retours d'expérience des évaluations ont mis en évidence des risques en lien avec la confirmation métrologique. Ainsi une attention particulière est portée à la maîtrise métrologique des équipements d'essais : domaine d'étalonnage, programme d'étalonnage, définition des critères d'acceptation des équipements en fonction des essais réalisés et notamment des étendues de mesure, vérification métrologique.

Les équipements sont vérifiés selon les paramètres d'essais pertinents, conformément aux normes d'essais et d'étalonnages pour le domaine d'utilisation que le laboratoire a préalablement défini.

Par exemple, pour l'essai de traction, la vérification de l'alignement des systèmes d'amarrage est définie par le laboratoire, selon des méthodes, des critères et une périodicité correspondant à ses besoins. Le cas échéant, il peut être nécessaire de qualifier chaque montage utilisé.

Lorsqu'une machine d'essais est utilisée en mode de sollicitations dynamiques (exemple : pour la réalisation d'une pré-fissuration d'éprouvette compacte CT en vue de la détermination du facteur d'intensité critique de contraintes K_{Ic}), il appartient au laboratoire de s'assurer du raccordement de cette machine sur la gamme des fréquences utiles et pour chaque type de sollicitations utilisées. La méthode décrite dans la norme ISO 4965 est recommandée.

9.3.2 *Logiciels d'acquisition*

Pour les machines munies d'un dispositif informatique permettant le pilotage de l'essai, l'acquisition, l'enregistrement et/ou le traitement des informations, il appartient aux laboratoires de s'assurer que le mode de fonctionnement des logiciels permet d'obtenir la conformité aux normes d'essais applicables. La qualification du logiciel est documentée.

Il convient également de s'assurer que le logiciel permet un enregistrement fidèle de tous les paramètres influents (exemple : la vitesse d'essai). Si cela n'est pas le cas, il est recommandé d'enregistrer ces paramètres par ailleurs.

9.4 Maitrise des équipements

S'agissant d'essais utilisant des équipements fortement sollicités, il est vivement recommandé de procéder à des vérifications intermédiaires pour maintenir la confiance dans le statut métrologique des équipements. C'est le cas, par exemple, pour les essais de flexion par choc, où des essais réalisés périodiquement au moyen d'éprouvettes dont les propriétés mécaniques (KU ou KV) sont connues peuvent être effectués. Ces vérifications sont réalisées selon une procédure définie qui tient compte notamment du nombre d'essais réalisés et de la charge des équipements.

10. RECOMMANDATIONS LIEES AUX EXAMENS METALLOGRAPHIQUES

10.1 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons en vue d'un examen métallographique est un paramètre déterminant, voire critique dans la bonne réalisation des essais et dans la qualité de ses résultats.

10.1.1 *Prélèvement de l'échantillon*

Lors du prélèvement de l'échantillon, des précautions sont prises afin d'assurer que l'intégrité de l'échantillon est préservée et que la nature du matériau n'est pas altérée. Ainsi, toute modification dans la structure du métal résultant d'un échauffement, d'une déformation (exemple : écrouissage), est à proscrire.

10.1.2 *Conditions d'enrobage et préparation de l'état de surface*

La préparation de l'état de surface de l'échantillon avant observation fait appel à diverses étapes de polissage. Il est recommandé de documenter les processus de polissage des échantillons ainsi que la gamme de polissage utilisée en fonction du type de matériau et du type d'examen réalisé (critères morphologiques et/ou de répartition de phases/structures). Il est également recommandé de documenter les conditions d'enrobage des échantillons et de s'assurer que la température atteinte lors du processus d'enrobage n'a pas d'impact sur les échantillons.

10.1.3 *Attaque chimique et/ou électrolytique*

Lorsqu'une structure métallographique est mise en évidence par attaque chimique ou électrolytique de la surface de l'échantillon, il est recommandé de documenter cette étape.

Bien que certaines méthodes d'examen normalisées décrivent de façon explicite les étapes d'attaque chimique en vue de révéler une microstructure particulière et les réactifs à utiliser (exemple : norme NF A 05-150, FD CEN ISO/TR 16060), il se peut que dans certains cas particuliers, liés à la fois à la nature du matériau à examiner et à la structure à révéler, les réactifs d'attaque ne permettent pas de mettre en évidence la structure métallographique. Dans ce cas, un nouveau réactif d'attaque est élaboré par le laboratoire.

De pareils cas peuvent justifier, à chaque fois que cela semble nécessaire, de décrire le mode opératoire d'élaboration de ce nouveau réactif pour le type d'examen qui s'y rattache.

D'une façon plus générale, les réactifs d'attaque utilisés participent pleinement à la qualité des résultats et peuvent représenter en cela des « consommables critiques » au sens du paragraphe 4.6 de la norme NF EN ISO/CEI 17025. Les dispositions de ce dernier paragraphe s'appliquent donc et dans ce sens les conditions et la durée de conservation des solutions d'attaque préparées par le laboratoire sont documentées.

10.2 Equipements et matériels

Les exigences du paragraphe 5.5 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 sont à prendre en compte afin d'assurer la bonne adéquation entre les moyens d'essais utilisés et les méthodes pour assurer la qualité des résultats.

Les équipements généralement utilisés pour les examens métallographiques sont :

- un microscope et / ou un banc macroscopique ;
- un appareil de microdureté muni d'une table micrométrique (exemple : pour les essais de filiations de dureté) ;
- un logiciel d'acquisition et de traitement d'image, le cas échéant.

Les recommandations quant à l'utilisation et l'entretien de chacun de ces équipements sont les suivantes :

10.2.1 Microscope et banc macroscopique

Les grossissements utilisés sont vérifiés et raccordés au Système International d'unités. L'erreur de grossissement acceptable est en relation avec les mesures effectuées. Il convient de s'assurer préalablement à un essai du bon état de propreté du microscope et en particulier, de son système optique. Une procédure de maintenance préventive est établie au sein du laboratoire.

10.2.2 Appareil de microdureté

Lorsque le déplacement XY de la table micrométrique est utilisé comme moyen de mesure pour la détermination de certains paramètres d'essais (exemple : la filiation de dureté), sa vérification est réalisée, tout comme celle de l'appareil de microdureté, suivant les exigences des paragraphes 5.5 et 5.6 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du paragraphe 9.3 du document LAB REF 02. Par ailleurs, le grossissement de l'empreinte est également conforme aux impositions des normes d'essai.

10.2.3 Logiciels d'acquisition et de traitement d'image

Il est recommandé de documenter l'ensemble des étapes liées à la validation des logiciels et de leurs résultats au sein du laboratoire, tout comme leurs conditions d'utilisation. Parmi ces conditions peuvent être citées les paramètres suivants :

- l'affichage de l'échelle (réticule) en X et en Y;
- le rapport hauteur/largeur des images.

L'influence des paramètres critiques à la qualité des résultats fournis par les logiciels est déterminée et suivie.

Nota : Dans le cas où le rapport d'essais contient des images, il convient d'être vigilant sur l'affichage de ces paramètres et leur intégrité.

11. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE DETERMINATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE

11.1 Portée relative aux essais de détermination de la composition chimique

Les essais de détermination de la composition chimique des matériaux métalliques peuvent faire appel à des techniques mettant en œuvre des protocoles analytiques très différents. Ainsi, on distingue les analyses sur échantillons massifs et les analyses sur échantillons divisés, nécessitant, ou non, une mise en solution préalable. Afin d'obtenir une expression claire de la compétence des organismes effectuant diverses analyses chimiques, il est important de pouvoir lister pour chaque matrice (aciers, fontes, alliages d'aluminium, etc.), les éléments qui sont effectivement déterminés par le laboratoire et les méthodes analytiques qui y sont associées (spectrométrie d'émission optique à étincelle, avec source à plasma, spectrométrie d'absorption atomique, gravimétrie, etc.).

11.2 Objet soumis à analyse

11.2.1 Répertoire des matrices

Eléments	Types
Aciers	Acier non allié* (Fe ≥ 95%) Acier faiblement allié* (Fe ≥ 90%) et aucun élément >5% Acier fortement allié* (Fe>50%)
Fontes	Fontes faiblement alliées Fontes alliées
Zinc	Zinc pur Alliages de zinc (Zn-Al...)
Aluminium	Aluminium pur Alliages d'aluminium (Al-Cu, Al-Si, Al-Mn, Al-Mg...)
Cuivre	Cuivre pur Alliages de cuivre (Cu-Zn, Cu-Sn, Cu-Ni, Cu-Al, Cu-Be...)
Titane	Titane pur Alliages de titane (Ti-Al-V...)
Nickel	Nickel pur Alliages de nickel (Ni-Fe, Ni-Cr, Ni-Cu...)
Cobalt	Alliages de cobalt (Co-Cr)
Plomb	Plomb pur Alliages de plomb (Pb-Sn...)
Etain	Etain pur Alliages d'étain (Sn-Pb...)
Zirconium	Zirconium pur Alliages de zirconium
Ferro-alliages	Fe-Si, Fe-Cr, Fe-Mn, Fe-Ni...
...

*pour plus de renseignement sur les définitions, se référer au document CEN/TR 10317

Tableau 1 : répertoire des matrices

Nota : Cette liste peut aussi être employée dans le cadre de l'expression des portées d'accréditation pour l'ensemble des essais du présent guide.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

11.2.2 Prélèvement et préparation des échantillons

Généralement les prélèvements sont réalisés à partir :

- d'un métal de base ;
- d'un métal refondu ;
- d'un bain métallique ;
- d'un demi-produit ;
- d'un produit fini ;
- d'un métal déposé.

Des conditions particulières de prélèvement peuvent être spécifiées par le client du laboratoire au niveau de la revue de contrat et faire l'objet d'une procédure documentée.

Afin de garantir une qualité de prélèvement optimale, ce dernier doit être exécuté dans un environnement et avec des moyens adaptés aux caractéristiques des matériaux soumis à l'analyse, afin d'éviter des contaminations ou toute autre dégradation de l'échantillon.

Il convient donc de s'assurer que la surface du matériau et l'outil ne contiennent pas d'éléments susceptibles de l'altérer.

Le laboratoire sera attentif entre autres :

- aux effets éventuels de la lubrification ;
- à l'influence de la taille des copeaux (ou morceaux) sur la représentativité du prélèvement (par exemple : un prélèvement de copeaux de fonte grise pour la détermination de carbone est à proscrire) ;
- aux effets de la structure d'un échantillon massif (effets de ségrégation, échantillons polyphasés, etc.).

Des dispositions adaptées sont prises afin d'identifier, si nécessaire, des zones particulières de prélèvement (exemple : la mise en évidence des différentes zones d'un assemblage soudé, mise en évidence d'un traitement thermo-chimique, etc.).

Lorsque le prélèvement est réalisé sur site par le laboratoire, les personnes chargées de cette opération doivent disposer de moyens leur permettant d'atteindre les objectifs ci-dessus et de s'assurer qu'une quantité de matière suffisante est obtenue.

Enfin, il appartient au laboratoire de maîtriser et de documenter l'ensemble des aspects liés aux opérations, telles les refusions, les surfaçages, les mises en solution, etc.

11.3 Techniques analytiques

Parmi les techniques analytiques les plus couramment utilisées permettant la détermination de la composition chimique d'un matériau métallique, on peut distinguer :

- la spectrométrie d'émission optique par étincelle ou par décharge lumineuse ;
- les méthodes par combustion ou par fusion ;
- la fluorescence des rayons X ;
- la spectrométrie d'émission à plasma ;
- la spectrométrie d'absorption atomique ;
- la spectrophotométrie d'absorption moléculaire ;
- les méthodes gravimétriques ;

- les méthodes volumétriques, etc.

Nota : Des techniques spécifiques peuvent également être employées (exemple : l'activation neutronique, la spectrométrie de masse couplée à un spectromètre à décharge lumineuse, etc.).

Pour chaque matrice considérée, les domaines d'application des méthodes employées par le laboratoire, relatives à chaque élément, sont définis et documentés.

11.4 Equipements et matériels

Pour tous ses équipements d'analyse, le laboratoire dispose de documents appropriés relatifs aux étalonnages et aux matériaux de référence (certificats des matériaux de référence certifiés (MRC), documents de caractérisation des matériaux de référence (MR), etc.).

11.5 Description d'une méthode d'essai

La description d'une méthode d'essai porte sur l'ensemble du processus pré-, per- et post-analytique depuis la préparation de l'échantillon jusqu'à la remise des résultats. En aucun cas une série d'essais de réception d'équipement de mesure ne peut se substituer à une validation de méthode. De même, il convient d'être vigilant sur les éventuels effets de matrice, sur l'adéquation des réactifs de mise en solution, sur la pertinence des dilutions, etc.

11.6 Etalonnage

Dans le cas des techniques d'analyse sur matériaux massifs, les domaines d'application de chaque courbe d'étalonnage ne peuvent être bornés que par des MRC. Il est cependant admis que les laboratoires aient utilisé, pour l'acquisition de ces courbes d'étalonnage, des MRC et des matériaux de référence internes (MRI), pour autant que ces derniers soient documentés et que leur nombre soit en adéquation avec celui des MRC employés à cette même fin.

Par ailleurs, quelle que soit la méthode mise en œuvre, la prise en compte de tout 'terme zéro' en tant que limite inférieure d'une gamme d'étalonnage est à proscrire.

La distinction claire entre les limites de détection (LD) et les limites de quantification (LQ) est à documenter. Par ailleurs, il est possible que la LQ estimée ne corresponde pas au terme le plus bas d'une courbe d'étalonnage (terme « zéro » exclu).

Concernant la (les) courbe(s) d'étalonnage d'un équipement, on retiendra enfin, qu'il convient de porter une attention particulière sur :

- son contenu (le nombre et la répartition des termes) ;
- le type de modélisation mathématique la décrivant ;
- la valeur du « point bas », dont le signal se veut être statistiquement différent de celui correspondant au terme « zéro ».

Le domaine d'application de chaque couple élément / matrice sera nécessairement inclus dans le domaine de la courbe d'étalonnage.

Afin de valider chaque série de mesures, il convient d'analyser des matériaux de référence qui n'ont pas été utilisés lors de l'étalonnage. Il est recommandé qu'une séquence d'analyses soit encadrée par l'analyse de MR adaptés, cette démarche permettant de valider les résultats de la série d'analyses.

11.7 Evaluation des incertitudes

Il peut être aisé d'aborder l'évaluation des incertitudes selon une approche globale intégrant l'analyse de MRC par exemple, dans des conditions de répétabilité et de reproductibilité. Il est toutefois recommandé que l'organisme ait préalablement identifié l'ensemble des sources d'incertitude associées à la méthode.

Les références citées dans ce guide (cf. paragraphe 3) apportent différentes méthodologies pour l'estimation des incertitudes. Dans le domaine de la détermination de la composition chimique, une des principales sources d'incertitude est celle associée aux MRC ayant été utilisés pour construire les courbes d'étalonnage.

12. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE CORROSION

12.1 Portée relative aux essais de corrosion

Des exemples de portées d'accréditation pour les essais de corrosion sont annexés au présent document (cf. paragraphe 14). Dans le cas des essais de corrosion selon ASTM G48, les conditions de décapage et passivation de l'échantillon sont définies.

12.2 Préparation des échantillons par traitement thermique de sensibilisation

Il est recommandé de documenter cette étape de manière appropriée. Le processus de mise en température nécessite d'être clairement décrit.

12.3 Milieu d'essai

Les moyens utilisés (enceintes, bains, fours de sensibilisation, etc.) sont vérifiés. A cet effet, il peut être utile de se reporter aux méthodes de caractérisation et de vérification des moyens de traitement thermique, telles que la norme FD X15-140 « Mesure de l'humidité de l'air - Enceintes climatiques et thermostatiques - Caractérisation et vérification ».

13. PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

Conformément aux exigences du paragraphe 5.9 de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du paragraphe 9.5 du document LAB REF 02, le laboratoire doit participer aux comparaisons interlaboratoires (CIL) pour les essais couverts par sa portée d'accréditation.

Le laboratoire sélectionne les circuits de comparaison interlaboratoires auxquels il participe en fonction de la nature des essais qu'il pratique, de sa portée d'accréditation et de l'évolution de son besoin.

Il convient de réaliser et formaliser une exploitation des résultats des comparaisons interlaboratoires.

Une liste informative des organisateurs de comparaisons interlaboratoires, par domaine technique, est disponible sur le site web du Cofrac. Le site Internet www.eptis.bam.de peut également être consulté à cette même fin.

14. ANNEXE 1 : EXEMPLES DE PORTEES D'ACCREDITATION

14.1 Essais mécaniques

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques	Essai de traction à l'ambiante	$R_{p0.2}$, R_m , A_{gt} , E, Z, A	NF EN ISO 6892-1 (Méthode A et/ou B) ASTM E8/E8M (Method A, B or C)	Application d'une déformation ou d'une contrainte en traction jusqu'à rupture	Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN Extensomètre
Matériaux métalliques	Essai de traction à température élevée	$R_{p0.2}$, R_m , A_{gt} , E, Z, A	NF EN ISO 6892-2 (Méthode A et B) ASTM E21	Application d'une déformation ou d'une contrainte en traction jusqu'à rupture	Machine de traction Capacité de :xx kN à xx kN Four (température maxi : xxx°C) Système de régulation et d'enregistrement de la température jusqu'à xxx°C Extensomètre

***Portée flexible FLEX1** : *Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.*

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques	Essai de flexion par choc	KU, KV (J)	NF EN ISO 148-1 ASTM E23	Mesure de l'énergie absorbée lors d'une flexion par choc	Mouton-pendule de capacité maximale: xx J Equipement de conditionnement en température de - xx°C à xx°C, xxx°C

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques	Essai de dureté Rockwell	Duretés HRA, HRB, HRC, ...	NF EN ISO 6508-1	Mesure de la résistance à la pénétration	Machine de dureté adaptée à la mesure (force)
Matériaux métalliques	Essai de dureté Brinell	Dureté HBW	NF EN ISO 6506-1	Mesure de la résistance à la pénétration	Machine de dureté adaptée à la mesure (force/grossissement)
Matériaux métalliques	Essai de dureté Vickers	Dureté Vickers ≥ HV5 De HV 0,2 à < HV5 De HV0,01 à < HV0,2	NF EN ISO 6507-1	Mesure de la résistance à la pénétration	Machine de dureté adaptée à la mesure (force/grossissement)

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet soumis à essai	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristiques ou grandeurs mesurées	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques	Essai de fluage	t_u (h), A_f	NF EN ISO 204	Déformation sous force ou contrainte de traction constante	Machine de fluage Four Système de régulation et d'enregistrement de la température
Matériaux métalliques	Essai de pliage	Angle de pliage α , allongement	NF EN ISO 7438	Application d'une déformation plastique par pliage trois points ou à l'aide d'un rouleau	Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques : Assemblages soudés :	Essai de traction à l'ambiante	R_m	NF EN ISO 4136	Application d'une déformation en traction jusqu'à rupture	Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Essai de traction longitudinale	R_m , A, Z, $R_{p0,2}$	NF EN ISO 5178	Application d'une déformation en traction jusqu'à rupture	Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN Extensomètre

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Essai de flexion par choc	KU, KV (J)	NF EN ISO 9016	Mesure de l'énergie absorbée lors d'une flexion par choc	Mouton-pendule de capacité maximale: xx J Equipement de conditionnement en température de - xx°C à xx°C, xxx°C
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Essai de pliage	Angle de pliage α , allongement	NF EN ISO 9016	Application d'une déformation plastique par pliage trois points ou à l'aide d'un rouleau	Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Essai de dureté Vickers	Dureté Vickers : HV1 à HV10	NF EN ISO 9015-1	Mesure de la résistance à la pénétration	Machine de dureté adaptée à la mesure (effort/grossissement)

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais d'endurance ou de fatigue					
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristiques ou grandeurs mesurées	Référence de la méthode*	Principe de la méthode	Principaux moyens d'essai
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Détermination du facteur d'intensité de contrainte critique en déformation plane	K_{1C}	ASTM E399 NF EN ISO 12737	Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture	Machine de fatigue ou Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Détermination de la résistance à la propagation des fissures	K_{1C} , J_{1C} , CTOD	ASTM E1820 ISO 12135	Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture ou par chargement déchargement incrémental	Machine de fatigue ou Machine de traction Capacité de : xx kN à xx kN

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

LA VERSION ELECTRONIQUE EST PROHIBEE

14.2 Essais métallographiques

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais métallographiques				
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode
Aciers : Pièces	Détermination de la grosseur du grain ferritique ou austénitique des aciers	Indice de grosseur de grain	NF EN ISO 643	Préparation mécanique Attaque chimique Observation au microscope optique
Matériaux métalliques	Recherche des inclusions	Critères géométriques, morphologiques et de répartition	Méthode interne Metal Handbook De ferri Metallographia ASM Handbook (préciser volume, n° et année)	Préparation mécanique Attaque chimique Observation au microscope optique
Matériaux métalliques : Assemblages soudés	Qualification d'une soudure : Géométrie, nombre de passes pénétration défauts	Critères géométriques, morphologiques et de répartition	Méthode interne (référence à préciser) Méthode normalisée	Préparation mécanique Attaque chimique Observation au microscope optique

***Portée FIXE** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes reconnues mentionnées dans sa portée d'accréditation.

Ou

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais métallographiques				
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode
Aciers	Détermination de la profondeur conventionnelle de décarburation	Profondeur de traitement	NF EN ISO 3887 ASTM E1077	Préparation mécanique Mesure de micro dureté HV0,3
Aciers	Détermination de la profondeur conventionnelle de cémentation	Profondeur de traitement	NF EN ISO 2639	Préparation mécanique Mesure de micro dureté
Aciers	Détermination de l'épaisseur totale ou conventionnelle des couches minces superficielles durcies	Epaisseur de traitement	NF A 04-204 ISO 4970	Préparation mécanique Mesure de micro dureté
Aciers inoxydables austénitiques et austéno-férritiques	Détermination de la résistance à la corrosion en milieu acide sulfurique –sulfate cuivrique	Taux de corrosion Profondeur de corrosion	NF EN ISO 3651-2	Détermination de la corrosion par perte de masse ou par dégradation locale (intergranulaire, pitting)
Aciers	Examen macroscopique par attaque aux acides forts	Critères géométriques, morphologiques et de répartition	NF A 05-152	Préparation mécanique Attaque chimique Observation visuelle et/ ou au microscope optique

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

14.3

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais métallographiques				
Objet	Nature d'essai ou d'analyse	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode*	Principe de la méthode
Couple « matériaux-milieu corrosif »	Essai de corrosion	Taux de corrosion Profondeur de corrosion	NF EN ISO 3651-1 NF EN ISO 3651-2	Détermination de la corrosion par perte de masse ou par dégradation locale (inter granulaire, pitting)

***Portée flexible FLEX1** : *Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

14.4 Essais d'analyses physico-chimiques

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Analyses physico-chimiques			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode*
Aciers non alliés et faiblement alliés	Eléments : C, S	Combustion et Absorption Infra Rouge	Méthode interne (référence à préciser)
	Elément : N	Conductibilité thermique, après fusion réductrice	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V	Spectrométrie d'émission sur "massif" (décharge lumineuse)	Méthode interne (référence à préciser)
	Elément : Si	Méthodes gravimétriques	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mg, Nb, Pb, Sn, W, Zn	Spectrométrie d'émission avec source à plasma	Méthode interne (référence à préciser)
Aciers fortement alliés	Eléments : C, S	Combustion et Absorption Infra Rouge	NF EN 27526 ISO 7524
	Elément : N	Conductibilité thermique, après fusion réductrice	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V,	Spectrométrie de fluorescence X	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Pb,	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mo, As, Nb, Sn, Zr	Spectrométrie d'émission avec source à plasma	Méthode interne (référence à préciser)

***Portée FIXE** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en respectant strictement les méthodes mentionnées dans sa portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

Ou

***Portée flexible FLEX1** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Analyses physico-chimiques			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode*
Fontes faiblement alliées	Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V	Spectrométrie d'émission sur "massif" (décharge lumineuse)	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V	Spectrométrie de fluorescence X	Méthode interne (référence à préciser)
	Elément : Si	Méthodes gravimétriques	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V	Spectrométrie d'émission avec source à plasma	Méthode interne (référence à préciser)
Fontes alliées	Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr	Spectrométrie de fluorescence X	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Mo, Ti, Sn, Zr	Spectrométrie d'émission avec source à plasma	Méthode interne (référence à préciser)
Aluminium et alliages d'aluminium	Eléments : Si, Fe, Cu, Mn, Mg, Ni, Zn	Spectrométrie d'émission sur "massif" (étincelle)	Méthode interne (référence à préciser)
	Elément : Si	Méthodes gravimétriques	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Cu, Mn, Mg, Ni, Zn, Pb, Sn,	Spectrométrie d'absorption atomique	Méthode interne (référence à préciser)
	Eléments : Fe, Cu, Mn, Mg, Ni, Zn, Pb	Spectrométrie d'émission avec source à plasma	Méthode interne (référence à préciser)

***Portée FIXE** : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en respectant strictement les méthodes mentionnées dans sa portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.