



Essais des matériaux métalliques

LAB GTA 16 – Révision 04

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI





SOMMAIRE

| | |
|---|-----------|
| 1. OBJET | 4 |
| 2. REFERENCES ET DEFINITIONS | 4 |
| 2.1. REFERENCES | 4 |
| 2.2. ABREVIATIONS ET DEFINITIONS | 5 |
| 3. DOMAINE D'APPLICATION | 5 |
| 4. MODALITES D'APPLICATION | 6 |
| 5. MODIFICATIONS APORTEES A L'EDITION PRECEDENTE | 6 |
| 6. PORTEES D'ACCREDITATION | 6 |
| 7. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS MECANQUES | 7 |
| 7.1. OBJET SOUMIS A ESSAI | 7 |
| 7.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS | 7 |
| 7.2.1. <i>Découpe et usinage des éprouvettes</i> | 7 |
| 7.2.2. <i>Traitement thermique</i> | 7 |
| 7.2.3. <i>Recommandations en cas d'externalisation de la préparation de l'échantillon</i> | 8 |
| 7.3. ÉQUIPEMENTS ET MATERIELS | 8 |
| 7.3.1. <i>Raccordement et vérification</i> | 8 |
| 7.3.2. <i>Logiciels d'acquisition</i> | 9 |
| 7.4. MAITRISE DES EQUIPEMENTS | 9 |
| 8. RECOMMANDATIONS LIEES AUX EXAMENS METALLOGRAPHIQUES | 10 |
| 8.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS | 10 |
| 8.1.1. <i>Prélèvement de l'échantillon</i> | 10 |
| 8.1.2. <i>Conditions d'enrobage et préparation de l'état de surface</i> | 10 |
| 8.1.3. <i>Attaque chimique et/ou électrolytique</i> | 10 |
| 8.2. EQUIPEMENTS ET MATERIELS | 11 |
| 8.2.1. <i>Microscope et banc macroscopique</i> | 11 |
| 8.2.2. <i>Appareil de microdureté</i> | 11 |
| 8.2.3. <i>Logiciels d'acquisition et de traitement d'image</i> | 11 |
| 9. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE DETERMINATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE | 12 |
| 9.1. PORTEE RELATIVE AUX ESSAIS DE DETERMINATION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE | 12 |
| 9.2. OBJET SOUMIS A ANALYSE | 12 |
| 9.2.1. <i>Répertoire des matrices</i> | 12 |
| 9.2.2. <i>Prélèvement et préparation des échantillons</i> | 13 |
| 9.3. TECHNIQUES ANALYTIQUES | 14 |
| 9.4. EQUIPEMENTS ET MATERIELS | 14 |
| 9.5. DESCRIPTION D'UNE METHODE D'ESSAI | 14 |
| 9.6. ETALONNAGE | 15 |
| 9.7. EVALUATION DES INCERTITUDES | 15 |
| 10. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE CORROSION | 16 |
| 10.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS | 16 |



| | |
|--|-----------|
| 10.2. MILIEU D'ESSAI..... | 16 |
| 11. PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES..... | 16 |
| ANNEXE 1 : EXEMPLES DE PORTEES D'ACCREDITATION..... | 17 |

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI



1. OBJET

La norme NF EN ISO/IEC 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais. Au regard de certains documents internationaux (par exemple, EA-4/02, ILAC P9, etc.) le Cofrac s'attache à développer dans des guides techniques d'accréditation (GTA) qu'il publie, des recommandations spécifiques aux domaines techniques considérés, en vue de guider les organismes dans la mise en œuvre des exigences du référentiel d'accréditation et d'en harmoniser les approches.

Ce document vise à établir des recommandations issues des bonnes pratiques admises dans les domaines et de la normalisation en vigueur. Il constitue un guide de lecture des exigences de ladite norme pour le domaine des essais des matériaux métalliques.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences réglementaires et/ou aux normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et notamment 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 les exigences de la norme citée ci-dessus.

2. REFERENCES ET DEFINITIONS

2.1. Références

Le présent document fait référence aux documents ci-après :

- **Norme NF EN ISO/IEC 17025 :2017** - Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ;
- **LAB REF 02** - Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/IEC 17025:2017 ;
- **LAB REF 05** - Règlement d'accréditation
- **LAB REF 08** - Expression et évaluation des portées d'accréditation
- **GEN REF 10** - Traçabilité des résultats de mesure – Politique du Cofrac et modalités d'évaluation
- **GEN REF 11** - Règles générales pour la référence à l'accréditation et aux accords de reconnaissance internationaux
- **EA-4/02** - Lignes directrices d'EA pour l'expression de l'incertitude des résultats d'essais quantitatifs
- **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 ;
- **CEN/TR 10317** - European certified reference materials (EURONORM-CRMs) for the determination of the chemical composition of iron and steel products
- **ASTM G48** - Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution

2.2. Abréviations et définitions

Les abréviations suivantes sont utilisées :

- **GTA** : Guide technique d'accréditation
- **MR** : Matériaux de référence
- **MRC** : Matériaux de référence certifiés
- **LD** : Limite de détection
- **LQ** : Limite de quantification
- **SI** : Système international

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce document s'applique aux essais 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. ;
- la détermination de la composition chimique qui permet 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.

Ce document 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.



4. MODALITES D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du **1^{er} février 2024**.

Le terme « **doit** » exprime une exigence. Les exigences correspondent à la retranscription des exigences de la norme d'accréditation, du prescripteur ou de la réglementation, ou relèvent des règles d'évaluation et d'accréditation du Cofrac. Ainsi, dès lors que le texte reprend des exigences, elles sont surlignées en gris.

Le terme « **devrait** » exprime une recommandation de bonne pratique. L'organisme est libre de ne pas suivre la recommandation s'il peut démontrer que les dispositions alternatives qu'il met en œuvre satisfont les exigences d'accréditation.

Le terme « **peut** » exprime une permission ou une possibilité. La possibilité est généralement employée pour indiquer des moyens de satisfaire une exigence donnée, que l'organisme est libre d'appliquer ou non.

5. MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE

Du fait de la refonte totale du document et par souci de lisibilité, les marques de révision ne sont pas indiquées dans ce guide.

Les modifications principales concernant les points suivants :

- L'alignement du contenu de ce document aux exigences de la version 2017 de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et le retrait de la table de références croisées V2005/2017 ;
- Suppression de l'avant-propos et reformulation des § 1 Objet du document, § 3 domaine d'application et § 4 modalités d'application ;
- La mise à jour de références documentaires (§ 2) ;
- La mise à jour des exemples de portées d'accréditation (Annexe 1) ;
- Suppression des § 7 estimation des incertitudes et § 11.1 portée relative aux essais de corrosion.

6. PORTEES D'ACCREDITATION

LAB REF 08

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 et les définitions des niveaux de flexibilité sont décrits dans le document Cofrac LAB REF 08. Ainsi, pour une méthode d'essais déterminée, la portée comprend :

- la désignation de l'objet soumis à l'essai ;
- la nature de l'essai ou de l'analyse, s'il y a lieu ;
- 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.



Le laboratoire applique 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.

Des exemples de portées d'accréditation pour plusieurs essais sont annexés au présent document (cf. annexe 1).

7. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS MECANIQUES

7.1. Objet soumis à essai

Les objets soumis à essais sont définis au regard de la nature des matériaux testés et des 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 au laboratoire de s'assurer qu'il est en mesure de mettre en œuvre l'essai à partir des produits qui lui sont confiés et de maîtriser la préparation des éprouvettes, même lorsque cette étape est confiée à un usineur externe ainsi que d'éventuels traitements thermiques des échantillons.

7.2. Préparation des échantillons

7.2.1. Découpe et usinage des éprouvettes

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.3

Afin de répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025, du document Cofrac LAB REF 02 et des normes d'essais, les organismes réalisant des essais mécaniques doivent maîtriser 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, le laboratoire devrait 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. Le laboratoire s'assure 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, et être en capacité de démontrer une traçabilité du mesurage au SI.

7.2.2. Traitement thermique

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2



Le laboratoire devrait 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 devraient être maîtrisées.

7.2.3. Recommandations en cas d'externalisation de la préparation de l'échantillon

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.6
LAB REF 02 § 6.6

Dans le cas où l'usinage est confié à un prestataire, le chapitre 6.6 de la norme NF EN ISO/IEC 17025 s'applique. En complément, à titre d'exemple, les résultats des campagnes d'essais d'aptitude / de comparaisons interlaboratoires peuvent être utilisés dans le cadre de l'évaluation des fournisseurs.

7.3. Équipements et matériels

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4
LAB REF 02 § 6.4

Le laboratoire s'assure 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 % (Rp0,2), le laboratoire devrait posséder et 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.

7.3.1. Raccordement et vérification

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4, 6.5
LAB REF 02 § 6.4, 6.5
GEN REF 10

Une attention particulière est portée au sein du laboratoire sur le respect des exigences en matière de raccordement des équipements et de traçabilité du mesurage au SI. Ces exigences sont à la fois celles des méthodes d'essais, de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et du document Cofrac GEN REF 10.

En cas d'utilisation de matériau ou éprouvettes de référence pour effectuer les vérifications, le rattachement au SI doit être également assuré et documenté, en lien avec les exigences des documents cités ci-dessus.

Les retours d'expérience des évaluations ont mis en évidence des risques en lien avec la confirmation métrologique. Ainsi, une attention particulière devrait être 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, conformité métrologique en prenant en compte les incertitudes (le cas échéant).

Les équipements sont vérifiés selon les paramètres d'essais pertinents, conformément aux normes d'essais et d'étalonnages (ou aux méthodes définies par le laboratoire en absence de méthode normalisée) 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_{1c}), le laboratoire devrait s'assurer du raccordement de cette machine sur la gamme des fréquences utiles et pour chaque type de sollicitation utilisée. La méthode décrite dans la norme ISO 4965-2 est recommandée.

7.3.2. Logiciels d'acquisition

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.11

LAB REF 02 § 7.11

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

Le logiciel utilisé devrait permettre un enregistrement fidèle de tous les paramètres influents (exemple : la vitesse d'essai). Si cela n'est pas le cas, le laboratoire s'assure de les enregistrer par ailleurs.

7.4. Maitrise des équipements

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4

S'agissant d'essais utilisant des équipements fortement sollicités, le laboratoire doit 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 (K_U ou K_V) sont connues peuvent être effectués. Ces vérifications doivent être réalisées selon une procédure définie qui tient compte notamment du nombre d'essais réalisés et de la charge des équipements.



8. RECOMMANDATIONS LIEES AUX EXAMENS METALLOGRAPHIQUES

8.1. Préparation des échantillons

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2

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 leurs résultats.

8.1.1. Prélèvement de l'échantillon

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.3

Lors du prélèvement de l'échantillon, des précautions doivent être 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.

8.1.2. Conditions d'enrobage et préparation de l'état de surface

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2

La préparation de l'état de surface de l'échantillon avant observation fait appel à diverses étapes de polissage. Le laboratoire documente 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.

8.1.3. Attaque chimique et/ou électrolytique

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.6, 7.2

Lorsqu'une structure métallographique est mise en évidence par attaque chimique ou électrolytique de la surface polie de l'échantillon, cette étape devrait être documentée.

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. L'efficacité de ce réactif vis-à-vis du résultat recherché doit être validée, conformément au § 7.2.1.5 de la norme NF EN ISO/IEC 17025.

D'une façon plus générale, les réactifs d'attaque utilisés participent pleinement à la qualité des résultats. Conformément à la norme NF EN ISO/IEC 17025, les conditions et la durée de conservation des solutions d'attaque préparées par le laboratoire doivent être documentées.



8.2. Equipements et matériels

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4
LAB REF 02 § 6.4

Les exigences du paragraphe 6.4 de la norme NF EN ISO/IEC 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 explicitées dans les 3 chapitres suivants.

8.2.1. Microscope et banc macroscopique

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4, 6.5
LAB REF 02 § 6.4, 6.5
GEN REF 10

Les grossissements utilisés doivent être vérifiés et raccordés au SI. 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.

8.2.2. Appareil de microdureté

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4, 6.5
LAB REF 02 § 6.4, 6.5
GEN REF 10

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 doit être réalisée, tout comme celle de l'appareil de microdureté, suivant les exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et du document LAB REF 02. Par ailleurs, le grossissement de l'empreinte est également conforme aux impositions des normes d'essai.

8.2.3. Logiciels d'acquisition et de traitement d'image

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.11
LAB REF 02 § 7.11

L'ensemble des étapes liées à la validation des logiciels et de leurs résultats au sein du laboratoire, tout comme leurs conditions d'utilisation doivent être documentés. 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.

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

9.1. 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 oeuvre 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.).

9.2. Objet soumis à analyse

9.2.1. Répertoire des matrices

| Eléments | Types |
|-----------|---|
| Aciers | Acier non allié* (Fe \geq 95%) Acier faiblement allié* (Fe \geq 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 |



| Eléments | Types |
|--|-------------------------------|
| 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 chapitre

9.2.2. Prélèvement et préparation des échantillons

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.3 ; § 6.4
LAB REF 02

Généralement les prélèvements sont réalisés à partir :

- d'un métal de base ;
- d'un métal fondu ;
- 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 moment 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 toutes contaminations ou autre dégradation de l'échantillon.

Le laboratoire devrait s'assurer que la surface du matériau et l'outil ne contiennent pas d'éléments susceptibles de l'altérer.

Le laboratoire devrait être 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 s'assurent s'assurer qu'une quantité de matière suffisante est obtenue.

Enfin, le laboratoire doit maîtriser et documenter l'ensemble des aspects liés aux opérations, telles les refusions, les surfaçages, les mises en solution, etc.



9.3. Techniques analytiques

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2
LAB REF 02

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 ;
- la spectrométrie de masse couplée à un spectromètre à décharge lumineuse ;
- les méthodes gravimétriques ;
- les méthodes volumétriques ;
- etc.

Nota : Des techniques spécifiques peuvent également être employées (exemple : l'activation neutronique).

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

9.4. Equipements et matériels

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4, 6.5
LAB REF 02

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

9.5. Description d'une méthode d'essai

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2
LAB REF 02

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, le laboratoire devrait être vigilant sur les éventuels effets de matrice, sur l'adéquation des réactifs de mise en solution, sur la pertinence des dilutions, etc.



9.6. Etalonnage

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.5
LAB REF 02 § 6.5

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 (ou les) courbe(s) d'étalonnage d'un équipement, une attention particulière est portée :

- à son contenu (le nombre et la répartition des termes) ;
- au type de modélisation mathématique la décrivant ;
- à 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 est nécessairement inclus dans le domaine de la courbe d'étalonnage.

Afin de valider chaque série de mesures, le laboratoire devrait 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.

9.7. Evaluation des incertitudes

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.6
LAB REF 02 § 7.6

Le laboratoire doit identifier l'ensemble des sources d'incertitude associées à la méthode. 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.

Les références citées dans ce guide (cf. paragraphe 2) 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, utilisés pour construire les courbes d'étalonnage.



10. RECOMMANDATIONS LIEES AUX ESSAIS DE CORROSION

10.1. Préparation des échantillons

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2
LAB REF 02 § 7.2

- Dans le cas des essais de corrosion selon ASTM G48, les conditions de décapage et passivation de l'échantillon sont définies.
- Concernant le traitement thermique de sensibilisation, le laboratoire documente les dispositions ainsi que les informations en lien avec cette étape, de manière claire et précise. Le processus de mise en température nécessite d'être clairement décrit.

10.2. Milieu d'essai

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4, 6.5
LAB REF 02 § 6.4, 6.5

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, décrites dans la norme FD X15-140.

11. PARTICIPATION AUX COMPARAISONS INTERLABORATOIRES

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.7
LAB REF 02 § 7.7

Conformément à la norme NF EN ISO/IEC 17025 et au document LAB REF 02, le laboratoire doit s'assurer de la performance de ses activités en participant, notamment, à des essais d'aptitude et/ou comparaisons interlaboratoires (CIL) pour les essais couverts par sa portée d'accréditation, s'ils existent et sont appropriés.

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.

Le site internet du Cofrac www.cofrac.fr recense de manière non exhaustive les principaux organisateurs de comparaison interlaboratoires destinés à évaluer l'aptitude des laboratoires. Le site internet www.eptis.org peut également être consulté à cette même fin.



ANNEXE 1 : EXEMPLES DE PORTEES D'ACCREDITATION

ESSAIS MECANIKES

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

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

| MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais mécaniques | | | | |
|---|--|---|--|------------------------|
| Objet | Nature d'essai ou d'analyse | Caractéristique mesurée ou recherchée | Référence de la méthode | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques | Essai de traction à l'ambiante | $R_{p0.2}$, R_m , A_{gt} , E, Z, A | *NF EN 10002-1 – 10/2001 (norme abrogée) NF EN ISO 6892-1 (Méthode A et/ou B) ASTM E8/E8M (Method A, B or C) | |
| 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 | Températures d'essai |
| Matériaux métalliques | Essai de flexion par choc | KU, KV (J) | NF EN ISO 148-1 ASTM E23 | Températures d'essai |



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 | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques | Essai de dureté Rockwell | Duretés HRA, HRB, HRC... | NF EN ISO 6508-1 ASTM E18 | |
| Matériaux métalliques | Essai de dureté Brinell | Dureté HBW | NF EN ISO 6506-1 ASTM E10 | |
| Matériaux métalliques | Essai de dureté Vickers | Dureté Vickers | NF EN ISO 6507-1 ASTM E92 | ≥ HV5 De HV 0,2 à < HV5 De HV0,01 à < HV0,2 |
| Matériaux métalliques | Essai de fluage | t_u (h), A_f | NF EN ISO 204 ASTM E292 | Températures d'essai |
| Matériaux métalliques | Essai de pliage | Angle de pliage α , allongement | NF EN ISO 7438 | |

LA VERSION ELECTRONIQUE N'EST PAS VALABLE



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

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

| MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES SOUDES BRASES/ Essais mécaniques | | | | |
|--|---------------------------------|--|--|------------------------|
| Objet | Nature d'essai ou d'analyse | Caractéristique mesurée ou recherchée | Référence de la méthode | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés : | Essai de traction à l'ambiante | Rm | *NF EN 895 – 09/1995 (norme abrogée) NF EN ISO 4136 | |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Essai de traction longitudinale | Rm , A, Z, Rp0,2 | NF EN ISO 5178 | |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Essai de flexion par choc | KU, KV (J) | NF EN ISO 9016 | |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Essai de pliage | Angle de pliage α , allongement | NF EN ISO 5173 | |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Essai de dureté Vickers | Dureté Vickers : | NF EN ISO 9015-1 | HV1 à HV10 |

LA VERSION ELECTRONIQUE N'EST PAS



ESSAIS D'ENDURANCE OU DE FATIGUE

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

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

| 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 | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques | Détermination du facteur d'intensité de contrainte critique en déformation plane | K_{1c} | ISO 12135 *ISO 12135 - 12/2002 (norme abrogée) | Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture | Températures d'essai |
| Matériaux métalliques | Détermination d'un facteur critique de propagation de fissure | J_{1c} , CTOD | ISO 12135 *ISO 12135 - 12/2002 (norme abrogée) | Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture ou par chargement déchargement incrémental | Températures d'essai |



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

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

| MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES SOUDES-BRASES/ 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 | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Détermination du facteur d'intensité de contrainte critique en déformation plane | K_{Ic} | ISO 15653 * ISO 15653 – 07/2010 (norme abrogée) | Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture | Capacité de : 10 kN à 1600 kN Température d'essai jusqu'à -80°C |
| Matériaux métalliques : Assemblages soudés | Détermination de l'écartement à fond de fissure | CTOD | ISO 15653 * ISO 15653 – 07/2010 (norme abrogée) | Pré fissuration par fatigue puis application d'un effort statique croissant jusqu'à rupture ou par chargement déchargement incrémental | |



ESSAIS METALLOGRAPHIQUES

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

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

| MATERIAUX / MATERIAUX METALLIQUES / Essais métallographiques | | | | |
|--|--|---|---|------------------------|
| Objet | Nature d'essai ou d'analyse | Caractéristique mesurée ou recherchée | Référence de la méthode | Remarques / Limitation |
| Matériaux métalliques | Détermination de la profondeur conventionnelle de décarburation | Profondeur de traitement | NF EN ISO 3887 ASTM E1077 | |
| Matériaux métalliques | Détermination de la profondeur conventionnelle de cémentation | Profondeur de traitement | NF EN ISO 2639 | |
| Matériaux métalliques | Détermination de l'épaisseur totale ou conventionnelle des couches minces superficielles durcies | Epaisseur de traitement | *NF A 04-204 – 12/1985 (norme abrogée) ISO 4970 | |
| Matériaux métalliques | Détermination de la résistance à la corrosion en milieu acide sulfurique – sulfate cuivrique | Taux de corrosion Profondeur de corrosion | NF EN ISO 3651-2 | |
| Matériaux métalliques | Examen macroscopique par attaque aux acides forts | Critères géométriques, morphologiques et de répartition | *NF A 05-152 – 09/1984 (norme abrogée) | |
| Matériaux métalliques | Détermination de la grosseur du grain ferritique ou austénitique des aciers | Indice de grosseur de grain | NF EN ISO 643 | |
| Matériaux métalliques | Détermination de la Teneur en inclusions non métalliques des aciers | Teneur inclusionnaire | ISO 4967 | |



ESSAIS D'ANALYSES PHYSICO-CHEMIQUES

Le laboratoire est accrédité en portée fixe, sauf pour les essais identifiés par un * pour lesquels il est accrédité en portée FLEX1.

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.

***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 |
| Aciers non alliés Aciers faiblement alliés | Eléments : C, S | Combustion et absorption infrarouge sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Elément : N | Fusion réductrice et conductibilité thermique sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V | Spectrométrie d'émission optique à décharge luminescente sur massif après préparation de la surface | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Elément : Si | Méthode gravimétrique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg | Spectrométrie d'absorption atomique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mg, Nb, Pb, Sn, W, Zn | Spectrométrie d'émission à plasma induit couplé à un détecteur optique (ICP-OES) après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| Aciers fortement alliés | Eléments : C, S | Combustion et absorption infrarouge sur échantillon solide | NF EN ISO 7526* ISO 7524* |
| | Elément : N | Fusion réductrice et conductibilité thermique sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, | Spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Pb, | Spectrométrie d'absorption atomique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mo, As, Nb, Sn, Zr | Spectrométrie d'émission à plasma induit couplé à un détecteur optique (ICP-OES) après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |



Le laboratoire est accrédité en portée fixe.

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.

| 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 optique à décharge lumineuse sur massif après préparation de la surface | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V | Spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Elément : Si | Méthode gravimétrique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg | Spectrométrie d'absorption atomique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, Ti, V | Spectrométrie d'émission à plasma induit couplé à un détecteur optique (ICP-OES) après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| Fontes alliées | Eléments : Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr | Spectrométrie de fluorescence des rayons X dispersive en énergie sur échantillon solide | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mn, Cu, Ni, Cr, V, Al, Co, Mg | Spectrométrie d'absorption atomique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Mo, Ti, Sn, Zr | Spectrométrie d'émission à plasma induit couplé à un détecteur optique (ICP-OES) après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| Aluminium et alliages d'aluminium | Eléments : Si, Fe, Cu, Mn, Mg, Ni, Zn | Spectrométrie d'émission optique à source à étincelle sur massif après préparation de la surface | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Elément : Si | Méthode gravimétrique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Cu, Mn, Mg, Ni, Zn, Pb, Sn, | Spectrométrie d'absorption atomique après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |
| | Eléments : Fe, Cu, Mn, Mg, Ni, Zn, Pb | Spectrométrie d'émission à plasma induit couplé à un détecteur optique (ICP-OES) après mise en solution de l'échantillon | Méthode interne (Référence à préciser) |