

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
4938

Première édition  
1988-12-01



---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION  
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION  
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

---

## Aciers et fontes — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique ou titrimétrique

*Steel and iron — Determination of nickel content — Gravimetric or titrimetric method*

**(standards.iteh.ai)**

ISO 4938:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37db233a-2dc9-4055-baf7-f23704c84e74/iso-4938-1988>

Numéro de référence  
ISO 4938:1988 (F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4938 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

[ISO 4938:1988](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37db233a-2dc9-4055-baf7-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37db233a-2dc9-4055-baf7-f23704e84e74/iso-4938-1988)

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

# Aciers et fontes — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique ou titrimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage gravimétrique ou titrimétrique du nickel dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en nickel comprises entre 0,5 % (*m/m*) et 30 % (*m/m*).

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 377 : 1985, *Acier corroyé — Prélèvement et préparation des échantillons et des éprouvettes.*

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 4793 : 1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides appropriés.

Précipitation du nickel à l'état de nickel-diméthylglyoxime

- Le cobalt éventuellement présent est oxydé par l'hexacyanoferrate(III) de potassium.
- Le cuivre éventuellement présent avec le cobalt doit de préférence être éliminé par électrolyse sous potentiel contrôlé.

Mise en solution acide du précipité et filtration suivie d'une seconde précipitation du nickel à l'état de nickel-diméthylglyoxime.

Dans le cas de la gravimétrie, pesée du précipité séché de nickel-diméthylglyoxime.

Dans le cas de la titrimétrie, titrage en retour de la solution d'EDTA.Na<sub>2</sub> par la solution étalon de zinc en présence d'orange de xylénol comme indicateur, après mise en solution acide du précipité.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf avis contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 **Bisulfate de sodium** (NaHSO<sub>4</sub>).

4.2 **Éthanol**, 95 % (V/V).

4.3 **Acide acétique**, cristallisé, ρ 1,05 g/ml environ.

4.4 **Acide fluorhydrique**, ρ 1,15 g/ml environ.

4.5 **Acide nitrique**, ρ 1,40 g/ml environ.

4.6 **Acide perchlorique**, ρ 1,54 g/ml environ.

4.7 **Acide sulfurique**, ρ 1,84 g/ml environ.

4.8 **Ammoniaque**, solution, ρ 0,90 g/ml environ.

4.9 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

4.10 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 99.

4.11 **Acide nitrique**, ρ 1,40 g/ml environ, dilué 2 + 3.

4.12 **Acide perchlorique**, ρ 1,54 g/ml environ, dilué 1 + 49.

**4.13 Ammoniaque**, solution,  $\rho$  0,90 g/ml environ, diluée 1 + 1.

**4.14 Ammoniaque**, solution,  $\rho$  0,90 g/ml environ, diluée 1 + 3.

**4.15 Mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique.**

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml environ, et 1 volume d'acide nitrique (4.5).

Cette solution doit être préparée juste avant l'emploi.

**4.16 Acétate d'ammonium**, solution à 200 g/l.

**4.17 Solution tampon de citrate d'ammonium.**

Mettre en solution 500 g d'acide citrique monohydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) dans 675 ml d'ammoniaque (4.8) et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Filtrer avant l'emploi.

**4.18 Acide citrique**, solution.

Mettre en solution 500 g d'acide citrique monohydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml. Filtrer avant l'emploi.

**4.19 Diméthylglyoxime** avec de l'eau, solution à 30 g/l, en milieu alcalin.

Mettre en solution 20 g d'hydroxyde de potassium dans 400 ml d'eau, ajouter 30 g de diméthylglyoxime ( $C_4H_8N_2O_2$ ) et agiter jusqu'à dissolution complète. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser. Filtrer avant l'emploi.

**4.20 Diméthylglyoxime**, solution à 10 g/l en milieu éthanolique.

Mettre en solution 10 g de diméthylglyoxime ( $C_4H_8N_2O_2$ ) dans 1 000 ml d'éthanol (4.2). Filtrer avant l'emploi.

**4.21 Sulfate d'hydrazine(2+)** ( $N_2H_6SO_4$ ), solution à 100 g/l.

**4.22 Hexacyanoferrate(III) de potassium**,  $K_3 [Fe(CN)_6]$ , solution à 100 g/l.

Cette solution est stable pendant 30 jours environ.

1 ml correspond approximativement à environ 0,02 g de cobalt et manganèse, respectivement.

**4.23 Eau de lavage**, ajustée à pH 8 à l'aide de quelques gouttes d'ammoniaque (4.13).

**4.24 (Éthylènedinitrilo)tétracétate disodique** ( $EDTA.Na_2$ ), solution étalon.

**4.24.1 Préparation de la solution**

Mettre en solution 6,33 g de dihydrate d'(éthylènedinitrilo)tétracétate disodique ( $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 1 mg environ de nickel.

**4.24.2 Étalonnage de la solution**

Transvaser 25,0 ml de solution de référence de nickel (4.24.3) dans un bécher de 250 ml, ajouter 33 ml de solution d'EDTA.Na (4.24.1). Ajouter 15 ml de solution d'acétate d'ammonium (4.16) et diluer à 150 ml environ avec de l'eau. Continuer comme indiqué au troisième alinéa en 7.2.5.

La concentration correspondante,  $c$ , de solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24.1) exprimée en milligrammes de nickel par millilitre, est donnée par l'équation

$$c = \frac{(m_1 \times 25) + (m_2 \times V_1)}{V_2}$$

où  $m_1$  est la masse, en milligrammes, de nickel contenu dans 1 ml de la solution de référence de nickel (4.24.3);

$m_2$  est la masse, en milligrammes, de nickel correspondant à 1 ml de la solution étalon de zinc (4.25);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution étalon de zinc (4.25) utilisé pour le titrage;

$V_2$  est le volume, en millilitre, de solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24.1) utilisé pour l'étalonnage.

**4.24.3 Préparation de la solution de référence de nickel**

Peser à 0,1 mg près, 1,000 0 g de nickel de haute pureté [ $> 99,95 \% (m/m)$ ]. Mettre en solution dans 20 ml d'acide nitrique (4.11). Faire bouillir pour éliminer les vapeurs nitreuses, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution de référence contient 1,0 mg de Ni.

**4.25 Zinc**, solution étalon.

Peser à 0,1 mg près, 1,114 0 g de zinc métallique [pureté  $> 99,9 \% (m/m)$ ], et transvaser dans un bécher de 300 ml. Si le zinc métallique est oxydé, il devrait être lavé avec de l'acide chlorhydrique (4.9), de l'eau et de l'acétone, respectivement, et séché pendant 5 min à 110 °C.

Ajouter environ 50 ml d'eau, 20 ml d'acide chlorhydrique (4.9) et 5 gouttes d'eau de brome saturée. Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer jusqu'à décomposition. Continuer le chauffage jusqu'à ce que la coloration du brome disparaisse,

refroidir à température ambiante et ajouter 20 ml d'acide acétique (4.3). Ajuster le pH de la solution à  $6,0 \pm 0,2$  à l'aide d'ammoniaque (4.14). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 1,0 mg de Ni et aussi approximativement à 1 ml de la solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24).

#### 4.26 Orangé de xylénol, solution à 1 g/l.

Triturer 0,1 g d'orangé de xylénol (C<sub>31</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>13</sub>SN<sub>4</sub>) avec un peu d'eau pour former une pâte. Diluer à 100 ml avec de l'eau. Filtrer et conserver la solution dans une fiole fermée en verre ambré.

Cette solution est stable pendant 1 semaine.

## 5 Appareillage

Toutes les verreries jaugées doivent être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou à l'ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire (voir le paragraphe précédent), et

**5.1 Filtres frittés en verre**, de degré de porosité P16, conformément à l'ISO 4793.

**5.2 pH-mètre.**

**5.3 Appareillage d'électrolyse à potentiel contrôlé**, avec électrode de référence au calomel saturé et électrode de platine.

## 6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux spécifications de l'ISO 377 ou des normes nationales appropriées relatives aux fontes.

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent produire des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général.

### 7.1 Prise d'essai

La prise d'essai doit être choisie de telle sorte que la quantité de nickel précipité se situe entre 25 mg et 70 mg pour la gravimétrie, et entre 25 mg et 40 mg pour la titrimétrie. Par exemple, si la teneur probable en nickel est de 3,5 % (m/m), peser 1 g environ de la prise d'essai. Toutes les pesées doivent se faire à 0,1 mg près.

## 7.2 Dosage

### 7.2.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de capacité convenable (par exemple, 400 ml pour des prises d'essai inférieures ou égales à 2,5 g, et 600 ml pour des prises d'essai supérieures à 2,5 g). Ajouter 30 ml de mélange acide chlorhydrique/acide nitrique (4.15) pour la prise d'essai inférieure ou égale à 2,5 g, et 50 ml pour d'autres prises d'essai. Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer entre 50 °C et 60 °C jusqu'à ce que la réaction soit terminée, puis ajouter 0,5 ml à 1 ml d'acide fluorhydrique (4.4). Ajouter ensuite 30 ml d'acide perchlorique (4.6) pour la prise d'essai inférieure ou égale à 2,5 g et 50 ml pour d'autres prises d'essai.

Élever la température jusqu'à 180 °C environ et évaporer la solution jusqu'à dégagement de fortes fumées blanches d'acide perchlorique.

Couvrir le bécher d'un verre de montre sec et continuer le dégagement des fumées jusqu'à oxydation complète du chrome. Enlever le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Ajouter 100 ml d'eau et chauffer pour dissoudre les sels. Faire bouillir pendant 5 min environ pour éliminer les composés du chlore.

Filtrer sur papier filtre rapide pour éliminer le graphite et les oxydes de silicium, de tungstène, de niobium et de tantale en recueillant le filtrat dans un bécher de 800 ml et laver 8 à 10 fois avec une solution chaude d'acide perchlorique (4.12) suivi de deux lavages avec de l'eau. (Cette solution est la solution principale)

Transvaser le filtre et le résidu dans un creuset de platine. Sécher, calciner et enflammer à une température de 900 °C. Traiter le résidu à l'acide fluorhydrique (4.4), évaporer et fondre le résidu avec des petites quantités de bisulfate de sodium (4.1), en chauffant doucement le creuset.

Refroidir et dissoudre la masse fondue dans de l'eau chaude et joindre à la solution principale.

### 7.2.2 Première précipitation du nickel

**7.2.2.1** Prises d'essai contenant moins de 5 mg de cuivre et moins de 5 mg de cobalt.

Diluer le volume de solution d'essai préparée en 7.2.1 à 400 ml environ avec de l'eau et ajouter 50 ml de solution d'acide citrique (4.18). Neutraliser avec la solution d'ammoniaque (4.13) et réacidifier légèrement avec la solution d'acide chlorhydrique (4.9). Chauffer à 90 °C et verser directement dans 10 ml de solution de diméthylglyoxime (4.20) pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent.

Neutraliser la solution avec l'ammoniaque (4.13), ajouter 2 ml en excès et bien agiter. Laisser reposer la solution à 65 °C environ, pendant 2 h environ. Refroidir rapidement à température ambiante.

Filtrer à travers un papier filtre rapide durci de 12,5 cm et laver 6 à 8 fois avec de l'eau froide de lavage (4.23).

**7.2.2.2** Prises d'essai contenant plus de 5 mg de cuivre.

Suivre le mode opératoire indiqué en 7.2.2.1, mais pour la précipitation, augmenter la quantité de solution de diméthylglyoxime (4.20). En ajouter 10 ml pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent, plus 30 ml en excès.

**7.2.2.3** Prises d'essai contenant plus de 5 mg de cobalt

Concentrer par évaporation la solution d'essai préparée en 7.2.1 ou en 7.2.2.4, à 100 ml environ.

Transvaser la solution dans un bécher de 600 ml contenant 100 ml de solution tampon de citrate d'ammonium (4.17) et 65 ml d'ammoniaque (4.8). Après rinçage du premier bécher avec de l'eau, laver une fois avec 15 ml d'ammoniaque (4.13) et ajouter les eaux de lavage à la solution d'essai.

Ajouter une quantité suffisante de la solution d'hexacyanoferrate(III) de potassium (4.22) pour oxyder le cobalt et le manganèse présents, (6 ml pour chaque fraction de 0,1 g de cobalt et de manganèse présents) et, en plus, un excès de 10 %. Bien agiter (la solution doit maintenant être rouge), et à l'aide d'un pH-mètre (5.2), ajuster le pH de la solution à  $8,0 \pm 0,2$  avec l'ammoniaque (4.8) ou avec l'acide acétique (4.3). Ajouter 50 ml d'éthanol (4.2) et 100 ml de la solution de diméthylglyoxime (4.19) et bien agiter. Maintenir la solution à température ambiante pendant 4 h en s'assurant que la solution demeure à pH 8.

Filtrer à travers un filtre rapide durci de 12,5 cm et laver 6 à 8 fois avec de l'eau froide de lavage (4.23).

**7.2.2.4** Prises d'essai contenant du cobalt et une forte concentration de cuivre

À la solution d'essai obtenue en 7.2.1, ajouter goutte à goutte la solution de sulfate d'hydrazine(2+) (4.21) jusqu'à réduction complète du chrome.

Éliminer le cuivre par électrolyse de la solution à potentiel contrôlé, en portant le potentiel de la cathode réglé à  $-0,15$  V (vs. électrode de référence au calomel), puis en diminuant graduellement à  $-0,30$  V (vs. électrode de référence au calomel). La précipitation du cuivre doit être achevée après environ 40 min quand le courant se stabilise à des valeurs très basses.

L'achèvement de la précipitation peut être vérifié par l'ajout d'environ 20 ml d'eau à la solution d'essai et par la poursuite de l'électrolyse. La précipitation est achevée si aucune quantité de cuivre ne se dépose après 5 min sur la portion fraîchement immergée de la cathode. Couper le courant alimentant le circuit de l'électrode au calomel. Enlever cette électrode au calomel, puis enlever les électrodes de platine et rincer avec de l'eau.

Ajouter environ 5 ml d'acide nitrique (4.5) et évaporer la solution jusqu'à formation de fumées blanches abondantes. Couvrir le bécher d'un verre de montre sec et continuer à chauffer jusqu'à oxydation complète du chrome. Enlever le bécher de la source de chaleur et laisser refroidir. Diluer la solution avec 100 ml de l'eau, chauffer pour dissoudre les sels et faire bouillir pendant 5 min environ pour éliminer les composés de chlore.

Continuer comme indiqué en 7.2.2.3.

**7.2.3** Deuxième précipitation du nickel (voir note 1)

Placer le filtre et le précipité obtenu en 7.2.2 dans le bécher de précipitation et recouvrir d'un verre de montre. Ajouter 15 ml d'acide nitrique (4.5) 10 ml d'acide sulfurique (4.7) et 4 ml d'acide perchlorique (4.6), puis chauffer. Élever la température pour évaporer la solution jusqu'à forte émission de vapeurs blanches (voir note 2). Refroidir et diluer à 400 ml environ avec de l'eau.

Ajouter 10 ml de solution d'acide citrique (4.18), neutraliser avec de l'ammoniaque (4.13) et réacidifier avec l'acide chlorhydrique (4.9). Chauffer la solution à 90 °C et ajouter 10 ml de solution de diméthylglyoxime (4.20) pour chaque fraction de 10 mg de nickel présent.

Neutraliser avec l'ammoniaque (4.13) et ajouter 2 ml à l'excès. Bien agiter et laisser reposer à 80 °C pendant 2 h. Laisser refroidir la solution lentement jusqu'à 50 °C, ajouter 50 ml d'éthanol (4.2) (voir note 3), bien agiter et laisser refroidir jusqu'à 35 °C.

NOTES

1 La deuxième précipitation du nickel peut être omise pour les prises d'essai contenant moins de 20 mg de cuivre et moins de 25 mg de cobalt, si la titrimétrie est utilisée comme indiqué en 7.2.5.

2 L'élimination des matières organiques contenues dans le précipité et le filtre prend normalement de 20 min à 30 min.

3 L'éthanol est ajouté pour compenser la perte due à l'évaporation et pour prévenir la possible séparation de la diméthylglyoxime à une température plus basse.

**7.2.4** Gravimétrie

Recueillir le précipité obtenu en 7.2.3 sur un filtre en verre fritté (5.1) préalablement séché à 110 °C, refroidir dans un dessiccateur, et peser par intervalles de 10 min jusqu'à masse constante. Laver le bécher et le creuset 15 fois avec de l'eau de lavage (4.23) à 45 °C. Ne pas laisser le précipité sécher pendant le lavage.

Sécher le creuset et le précipité à 110 °C pendant 2 h, refroidir dans un dessiccateur et peser par intervalles de 10 min jusqu'à masse constante.

**7.2.5** Titrimétrie

Mettre en solution le précipité obtenu en 7.2.2 ou 7.2.3 (voir la note) du papier-filtre en ajoutant alternativement de petites quantités d'acide nitrique (4.11) et d'eau chaude, pour recueillir la solution dans le premier bécher de précipitation.

NOTE — Si l'on procède comme en 7.2.3, effectuer la filtration suivante, avant de poursuivre comme indiqué en 7.2.5.

Filtrer à travers un papier filtre rapide durci de 12,5 cm et laver complètement à l'eau de lavage (4.23).

Transvaser dans un bécher de 250 ml et faire bouillir pendant quelques minutes. Après refroidissement, ajouter 12 ml de la solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> (4.24), pour chaque 10 mg de nickel présent, puis 3 ml en excès. Enregistrer le volume total de la solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> ajouté. Ajouter 15 ml de solution d'acétate d'ammonium (4.16) et diluer à 150 ml environ avec de l'eau.

Ajuster le pH de la solution à  $6,0 \pm 0,2$  avec l'ammoniaque (4.14) ou l'acide chlorhydrique (4.10) et le maintenir pendant 10 min environ. Ajouter plusieurs gouttes de solution d'orangé de xylénol (4.26) comme indicateur, homogénéiser et titrer avec la solution étalon de zinc (4.25) jusqu'à virage au rouge pourpre.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Méthode de calcul

#### 8.1.1 Gravimétrie

La teneur en nickel, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$20,32 \times \frac{(m_4 - m_3)}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_3$  est la masse, en grammes, du creuset vide;

$m_4$  est la masse, en grammes, du creuset et du précipité de nickel-diméthylglyoxime;

20,32 est le facteur de conversion du nickel-diméthylglyoxime en nickel, multiplié par 100.

#### 8.1.2 Titrimétrie

La teneur en nickel, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(c \times V_4) - (m_2 \times V_3)}{m_0 \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{(c \times V_4) - (m_2 \times V_3)}{10 m_0}$$

où

$c$  est l'équivalent en nickel, en milligrammes par millilitre, de la solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub>;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution étalon de zinc utilisée;

$V_4$  est le volume, en millilitres, de toute solution étalon d'EDTA.Na<sub>2</sub> ajoutée;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_2$  est la masse, en milligrammes, de nickel correspondant à 1 ml de la solution étalon de zinc utilisée.

### 8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 12 laboratoires pour la gravimétrie et par 10 laboratoires pour la titrimétrie, à sept niveaux de nickel, chaque laboratoire effectuant quatre dosages de nickel à chaque niveau.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement d'après l'ISO 5725.

Les données obtenues ont défini la relation logarithmique entre la teneur en nickel et la répétabilité ( $r$ ) et la reproductibilité ( $R$ ) des résultats d'essai, comme résumé dans le tableau 1. Les échantillons d'essai utilisés sont indiqués dans l'annexe A et une représentation graphique des données est indiquée dans l'annexe B.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- toutes les informations nécessaires pour l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;
- une référence à la présente Norme internationale;
- le type de mesure utilisée (par gravimétrie ou par titrimétrie);
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tous les détails particuliers éventuellement relevés au cours du dosage;
- toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou toutes opérations facultatives qui ont pu avoir une influence sur le résultat.

Tableau 1

Niveau de nickel % (m/m)	Mesure par gravimétrie		Mesure par titrimétrie	
	Répétabilité $r$	Reproductibilité $R$	Répétabilité $r$	Reproductibilité $R$
0,5	0,032	0,025	0,011	0,012
1,0	0,035	0,030	0,015	0,018
5,0	0,063	0,071	0,049	0,070
10,0	0,098	0,123	0,092	0,134
15,0	0,132	0,174	0,135	0,198
20,0	0,167	0,226	0,178	0,262
25,0	0,202	0,278	0,220	0,326
30,0	0,236	0,329	0,263	0,390

## Annexe A (informative)

### Renseignement supplémentaire sur les essais coopératifs internationaux

Le tableau 1 en 8.2 est issu des résultats des essais analytiques internationaux effectués en 1983 sur un échantillon de fonte et six échantillons d'aciers dans cinq pays comprenant onze laboratoires (mesure par gravimétrie) ou dix laboratoires (mesure par titrimétrie).

Les résultats des essais analytiques ont été exprimés dans le document 17/1 N 598, de mars 1984. Le traitement graphique des données sur la fidélité a été indiqué dans l'annexe B.

Les échantillons d'essai utilisés sont indiqués dans le tableau A.1.

**Tableau A.1**

Échantillon	Teneur en nickel % (m/m)		
	Certifié	Trouvé	
		Gravimétrie	Titrimétrie
ECRM 481-1 (fonte)	1,19	1,183	1,190
JSS 151-7 (acier faiblement allié)	2,99	2,959	2,985
BAM 230-1 (acier inoxydable)	5,55	5,555	5,576
JSS 653-1 (acier inoxydable)	13,91	13,897	13,935
BCS 334 (acier inoxydable)	20,60	20,478	20,560
NBS 348 (acier fortement allié)	25,8	25,719	25,751
JK 37 (acier inoxydable)	30,82	30,743	30,802

(standards.iteh.ai)

[ISO 4938:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37db233a-2dc9-4055-baf7-f23704c84e74/iso-4938-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37db233a-2dc9-4055-baf7-f23704c84e74/iso-4938-1988>



## Annexe B (informative)

### Représentation graphique des données de fidélité

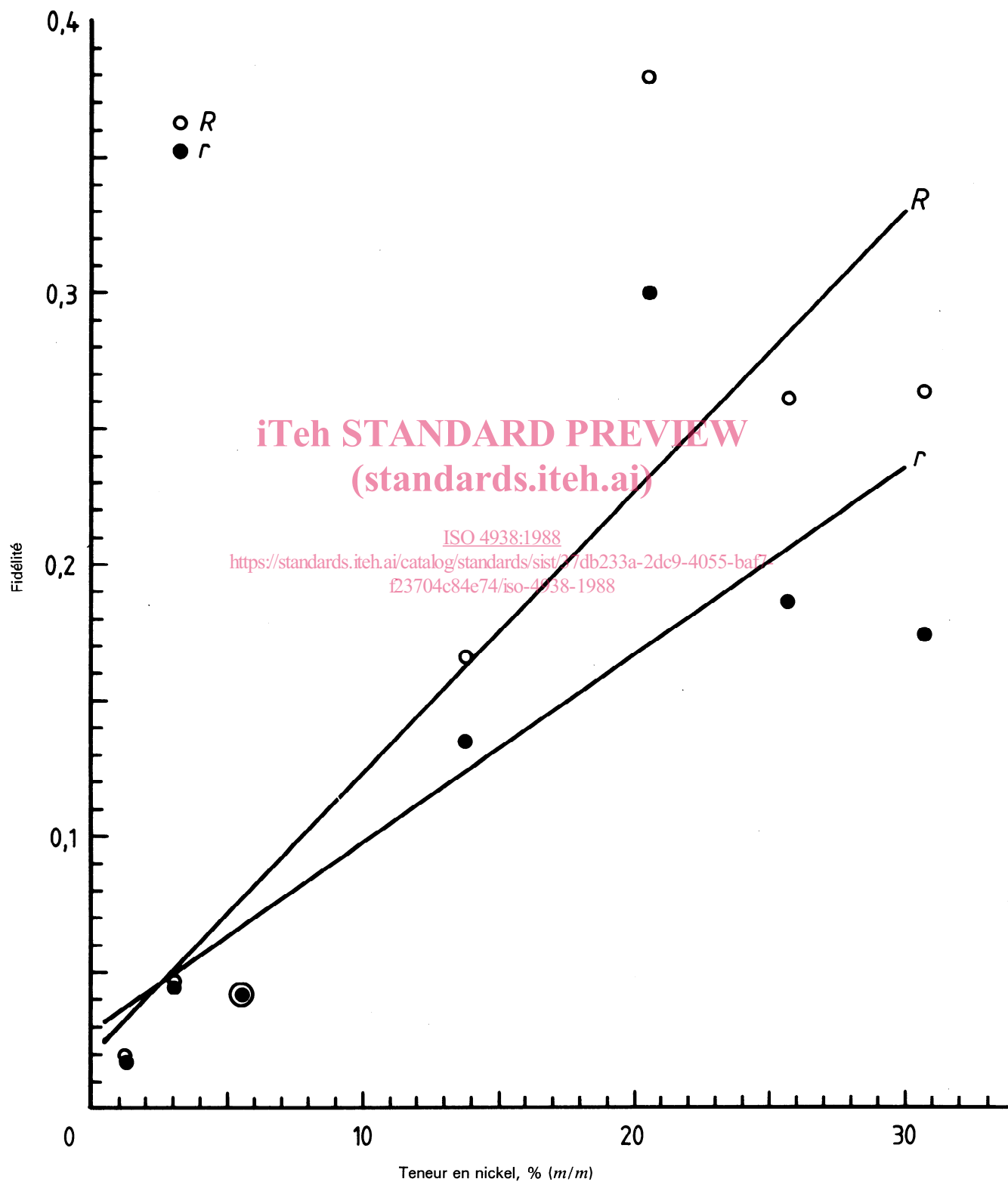


Figure B.1 — Relation entre la teneur en nickel et la répétabilité,  $r$ , et entre la teneur en nickel et la reproductibilité,  $R$  (mesure par gravimétrie)