

---

# Norme internationale



# 6351

---

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

---

## Nickel — Dosage de l'argent, du bismuth, du cadmium, du cobalt, du cuivre, du fer, du manganèse, du plomb et du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

*Nickel — Determination of silver, bismuth, cadmium, cobalt, copper, iron, manganese, lead and zinc contents — Flame atomic absorption spectrometric method*

Première édition — 1985-12-15

[ISO 6351:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3467f21e-5a00-4fb0-b0b4-ac2b852eb9d4/iso-6351-1985>

---

CDU 669.24 : 543.422 : 546.87 : 546.48 : 46.73 : 546.56 : 546.72 : 546.711 : 546.815 : 546.47    Réf. n°: ISO 6351-1985 (F)

**Descripteurs** : nickel, analyse chimique, dosage, bismuth, cadmium, cobalt, cuivre, fer, manganèse, plomb, zinc, méthode d'absorption atomique.

## 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 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.

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 6351 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

[ISO 6351:1985](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Nickel — Dosage de l'argent, du bismuth, du cadmium, du cobalt, du cuivre, du fer, du manganèse, du plomb et du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage de l'argent, du bismuth, du cadmium, du cobalt, du cuivre, du fer, du manganèse, du plomb et du zinc contenus aux teneurs indiquées dans le tableau 1, dans le nickel raffiné, de corroyage ou de fonderie. Cette méthode est applicable au dosage séparé d'un ou plusieurs des éléments indiqués, sans qu'il soit besoin que les solutions étalons les contiennent tous.

Tableau 1 — Gammes de concentration des éléments à doser

Élément	Gamme de concentration [% (m/m)]*	
	Mode opératoire A	Mode opératoire B
Ag	0,000 2 à 0,01	—
Bi	0,001 0 à 0,01	—
Cd	0,000 2 à 0,002 5	—
Co	0,001 0 à 0,01	0,01 à 1,00
Cu	0,000 2 à 0,01	0,01 à 1,00
Fe	0,002 5 à 0,01	0,01 à 0,15
Mn	0,000 5 à 0,01	0,01 à 0,20
Pb	0,000 5 à 0,01	—
Zn	0,000 2 à 0,002 5	0,001 à 0,015

\* Pour les compositions spécifiques, voir ISO 6283.

La concentration minimale de fer peut descendre en dessous de 0,002 5 % (m/m) si du nickel contenant moins de 0,000 1 % (m/m) de fer sert à la préparation des solutions étalons, voir 4.1.

La limite maximale de concentration de cobalt et de cuivre peut être portée à 2 % (m/m) sous réserve d'une modification mineure de la méthode, voir 11.1.

Pour les interférences potentielles, voir chapitre 10.

## 2 Références

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

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

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

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

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans de l'acide nitrique dilué (1 + 1); évaporation de l'excédent d'acide et dilution de la solution à un volume connu.

Aspiration de la solution dans la flamme air-acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesure de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance sur le spectre de chaque élément et comparaison de celle-ci avec l'absorption des solutions d'étalonnage du même élément dans une matrice de nickel appariée.

## 4 Réactifs

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

**4.1 Nickel en poudre**, très pur, contenant moins de 0,000 5 % (m/m) de fer et moins de 0,000 1 % (m/m) de chacun des éléments suivants: argent, bismuth, cadmium, cobalt, cuivre, manganèse, plomb et zinc.

**4.2 Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>), ρ<sub>20</sub> = 1,41 g/ml, dilué 1 + 1.

Le même échantillon d'acide nitrique doit servir pour toute l'analyse.

**4.3 Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>), ρ<sub>20</sub> = 1,41 g/ml, dilué 1 + 19.

Le même échantillon d'acide nitrique doit servir pour toute l'analyse.

**4.4 Solutions étalons mixtes des éléments à doser.**

**4.4.1 Solutions mères étalons des éléments à doser**, correspondant à 1,000 g de Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Pb et Zn par litre.

À préparer séparément pour chaque métal considéré.

Peser, à 0,001 g près, 1,00 g d'argent, de bismuth, de cadmium, de cobalt, de cuivre, de fer, de manganèse, de plomb ou de zinc [d'une pureté d'au moins 99,9 % (m/m)], transvaser dans un bécher de 600 ml et mettre en solution dans 40 ml d'acide nitrique (4.2). Chauffer jusqu'à dissolution complète, faire bouillir doucement pour chasser les oxydes d'azote, refroidir et transvaser dans une fiole jaugée à 1 000 ml contenant 160 ml d'acide nitrique (4.2). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver dans des flacons en polyéthylène, sauf pour l'argent qui est conservé dans un flacon en verre.

**4.4.2 Solution étalon mixte A des éléments à doser**, correspondant à 20 mg de chacun des éléments: Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Pb par litre et à 10 mg de Zn par litre.

Verser, à l'aide d'une pipette, 20,0 ml de chacune des solutions mères étalons d'argent, de bismuth, de cadmium, de cobalt, de cuivre, de fer, de manganèse et de plomb (4.4.1) et 10 ml de la solution mère étalon de zinc (4.4.1), dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant 160 ml d'acide nitrique (4.2). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver dans un flacon en verre.

**4.4.3 Solution étalon mixte B des éléments à doser**, correspondant à 100 mg de chacun des éléments: Co, Cu, Fe, Mn par litre et à 10 mg de Zn par litre.

Verser, à l'aide d'une pipette, 50,0 ml de chacune des solutions mères étalons de cobalt, de cuivre, de fer et de manganèse (4.4.1) et 5,0 ml de la solution mère étalon de zinc (4.4.1), dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver dans un flacon en polyéthylène.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Spectromètre d'absorption atomique.

**5.1.1** Le spectromètre d'absorption atomique utilisé par cette méthode doit présenter les paramètres de fonctionnement indiqués dans l'annexe A.

**5.1.2** L'appareil doit être équipé d'une tête de brûleur pouvant recevoir une solution contenant 25 g de Ni par litre sous forme de nitrate convenable pour une flamme air-acétylène.

**5.1.3** L'appareil doit pouvoir utiliser des lampes à cathode creuse à un seul élément ou des lampes à décharge sans électrode fonctionnant aux intensités de courant recommandées par le fabricant de lampes et d'appareils.

**5.2 Burette**, de capacité 50 ml, graduée en 0,1 ml, conforme à l'ISO 385/1, classe A.

**5.3 Pipettes**, de capacités 5; 20; 25; 50 et 100 ml, conformes à l'ISO 648, classe A.

**5.4 Fioles jaugées**, de capacités 200; 250; 500 et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

## 6 Échantillonnage et échantillons

**6.1** L'échantillonnage et la préparation des échantillons pour laboratoire doivent se faire par des méthodes agréées par les deux parties ou, en cas de litige, selon les règles de la Norme internationale appropriée.

**6.2** L'échantillon pour laboratoire se présente généralement sous la forme de poudre, de granulés, de copeaux de fraisage ou de perçage, et aucune préparation ultérieure n'est nécessaire.

**6.3** Si l'on pense que l'échantillon pour laboratoire a pu être pollué par de l'huile ou de la graisse au cours du fraisage ou du perçage, on doit le nettoyer par lavage dans de l'acétone à haute pureté, suivi d'un séchage à l'air.

**6.4** Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles différentes, la prise d'essai peut être obtenue par une méthode de division au diviseur à lames.

## 7 Mode opératoire A

Ce mode opératoire est applicable aux teneurs en argent, bismuth, cadmium, cobalt, cuivre, fer, manganèse et plomb comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,01 % (m/m) et aux teneurs en zinc comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,005 % (m/m).

### 7.1 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,01 g près, 4,9 à 5,1 g d'échantillon pour laboratoire et transvaser le tout dans un bécher de 600 ml, propre mais non lavé à l'acide. Ajouter suffisamment d'eau pour recouvrir la prise d'essai et mettre en solution par ajout, par petites portions, de 60 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Chauffer jusqu'à dissolution complète, faire bouillir doucement pour chasser les oxydes d'azote et évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Remettre les sels en solution par addition de 20 ml d'acide nitrique (4.2) et de 100 ml d'eau. Chauffer jusqu'à dissolution complète, refroidir et filtrer si nécessaire sur un filtre en laine de verre ou en cellulose, lavé à l'acide nitrique (4.2), en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 200 ml. Laver le filtre à l'eau. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

Si l'on soupçonne un manque d'homogénéité de la prise d'essai, on peut en prendre une masse plus grande, 10 à 50 g, pour l'analyse. Une aliquote correspondant à 5 g de prise d'essai doit cependant être prélevée sur la solution et traitée suivant le mode opératoire indiqué. Voir 11.2.

## 7.2 Essai à blanc

La solution de référence zéro de la gamme A d'étalonnage (7.3) sert de solution d'essai à blanc, puisque le même échantillon d'acide nitrique sert à mettre en solution tant l'échantillon de nickel de référence que l'échantillon pour essai.

S'il est impossible de se servir du même échantillon d'acide nitrique, une seconde solution d'essai à blanc doit être préparée à partir de la même poudre de nickel (4.1). Cette solution à blanc sera alors comparée à la solution de référence zéro, puis la correction appropriée sera faite si elle est significative.

## 7.3 Préparation de la gamme A de solutions d'étalonnage

7.3.1 Cette gamme correspond à 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 et 2,5 mg de chacun des éléments suivants: Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Mn et Pb par litre, et à 0; 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0 et 1,25 mg de Zn par litre (voir tableau 2). Toutes les solutions contiennent une matrice de 25 g de Ni par litre.

Tableau 2 — Gamme A de solutions d'étalonnage

N°	Volume de solution étalon mixte A des éléments à doser (4.4.2) (ml)	Concentration de l'élément à doser (mg/l)			
		Ag, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Mn, Pb	Zn		
1	0				
2	2,0	0,2	0,1	0,25	0,5
3	5,0	0,5	0,25	0,75	1,5
4	10,0	1,0	0,5	1,0	2,0
5	15,0	1,5	0,75	1,5	2,5
6	20,0	2,0	1,0	2,0	2,5
7	25,0	2,5	1,25	2,5	2,5

7.3.2 Peser, à 0,01 g près, sept prises distinctes de 5,0 g de poudre de nickel (4.1) et les transférer dans des béchers de 600 ml. Mettre en solution de la manière indiquée en 7.1.

7.3.3 Verser, à l'aide d'une burette dans chacune de sept fioles jaugées de 200 ml, respectivement 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 et 25,0 ml de solution étalon mixte A des éléments à doser (4.4.2). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.4 La solution ne contenant pas d'élément à doser est la solution de référence zéro qui sert également de solution d'essai à blanc (voir 7.2).

## 7.4 Étalonnage et dosage

### 7.4.1 Mesurages spectrométriques

7.4.1.1 Les raies spectrales spécifiées dans le tableau 3 sont à utiliser pour l'analyse.

Tableau 3 — Raies spectrales — Mode opératoire A

Élément	Ag	Bi	Cd	Co	Cu
Longueur d'onde (nm)	328,1	223,1	228,8	240,7	324,7
Élément	Fe	Mn	Pb	Zn	
Longueur d'onde (nm)	248,3	279,5	217,0	213,9	

7.4.1.2 Ces raies spectrales peuvent être remplacées par d'autres, moins sensibles, spécifiées dans le tableau 4.

Tableau 4 — Autres raies spectrales — Mode opératoire A

Élément	Co	Cu	Fe	Mn	Pb
Longueur d'onde (nm)	241,2	327,4	252,7	403,1	283,3

7.4.1.3 Régler les paramètres requis de l'appareil suivant les instructions du fabricant. Allumer le brûleur et aspirer de l'acide nitrique dilué 1 + 19 (4.3) jusqu'à l'équilibre thermique. Utiliser une flamme air-acétylène pauvre en combustible.

7.4.1.4 Vérifier que l'appareil remplit les conditions données dans l'annexe A.

NOTE — Les réglages optimaux des paramètres varient d'un instrument à l'autre. Une extension d'échelle peut s'avérer nécessaire pour obtenir la lisibilité requise.

7.4.1.5 Faire en sorte que la solution d'essai (7.1) et la gamme A d'étalonnage (7.3) se trouvent à la même température à 1 °C près.

7.4.1.6 Aspirer de l'acide nitrique dilué 1 + 19 et mettre l'appareil à zéro.

7.4.1.7 Aspirer la (ou les) solution(s) d'essai et relever l'indication de l'appareil pour fixer la place de la solution dans la gamme d'étalonnage.

7.4.1.8 Aspirer de l'acide nitrique dilué 1 + 19 jusqu'à ce que l'appareil revienne à l'indication d'origine. Remettre l'appareil à zéro si nécessaire.

7.4.1.9 Aspirer la gamme A d'étalonnage (7.3) et la (ou les) solution(s) d'essai dans l'ordre de réponse croissante de l'appareil, en commençant par la solution de référence zéro. Une fois la réponse stabilisée, enregistrer le relevé correspondant. Rincer le système par aspiration d'acide nitrique dilué 1 + 19 entre chaque solution d'essai ou d'étalonnage.

NOTE — Éviter d'aspirer des solutions à haute concentration de nickel pendant de longues périodes sans rincer, car le brûleur a alors tendance à s'encrasser.

7.4.1.10 Répéter la mesure sur toute la gamme des solutions d'essai et d'étalonnage encore deux fois, et enregistrer les données correspondantes.

**7.4.2 Tracé des courbes d'étalonnage**

Porter sur un graphique la moyenne des relevés de l'appareil en fonction de la concentration de l'élément à doser dans les solutions d'étalonnage pour chaque série de mesures. Poursuivre comme indiqué au chapitre 9.

**NOTES**

1 Dans cette méthode, tout effet d'absorption non spécifique ou de diffusion lumineuse est compensé par l'appariement des matrices des solutions d'étalonnage et des solutions d'essai. De même, un seul lot d'acide nitrique étant utilisé pour les solutions d'étalonnage et d'essai, on incorpore dans la courbe d'étalonnage la solution d'essai à blanc. Cette courbe peut en conséquence ne pas passer par l'origine.

2 Certains appareils peuvent être réglés pour donner une lecture directe de la concentration en élément à doser. La courbe donnant la réponse à l'instrument en fonction de la concentration sert à vérifier la validité des relevés.

**8 Mode opératoire B**

Ce mode opératoire est applicable aux teneurs en cobalt, cuivre, fer et manganèse comprises entre 0,01 % (m/m) et 0,25 % (m/m) et aux teneurs en zinc comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,025 % (m/m).

**8.1 Préparation de la solution d'essai**

8.1.1 Si une solution a été préparée suivant le mode opératoire A (7.1), en verser à la pipette une aliquote de 100,0 ml dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au trait de jauge avec de l'acide nitrique (4.3). Sinon, procéder de la manière indiquée en 8.1.2.

8.1.2 Peser, à 0,005 g près, 1,9 à 2,1 g d'échantillon pour laboratoire (6.2), transférer dans un bécher de 400 ml et mettre en solution dans 20 ml d'acide nitrique (4.2). Compléter la préparation de la manière indiquée en 7.1.

**8.2 Essai à blanc**

La solution de référence zéro de la gamme B d'étalonnage (8.3) sert de solution d'essai à blanc (voir 7.2).

**8.3 Préparation de la gamme B de solutions d'étalonnage**

8.3.1 Cette gamme correspond à 0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 et 25,0 mg de Co, Cu, Fe et Mn par litre, et à 0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 et 2,5 mg de Zn par litre (voir tableau 5). Toutes les solutions contiennent une matrice de 10 g de Ni par litre.

**Tableau 5 — Gamme B de solutions d'étalonnage**

N°	Volume de solution étalon mixte B des éléments à doser (4.4.3) (ml)	Concentration de l'élément à doser (mg/l)	
		Co, Cu, Fe, Mn	Zn
1	0	0	0
2	5,0	2,5	0,25
3	10,0	5,0	0,5
4	20,0	10,0	1,0
5	30,0	15,0	1,5
6	40,0	20,0	2,0
7	50,0	25,0	2,5

8.3.2 Peser, à 0,005 g près, sept prises distinctes de 2,00 g de poudre de nickel (4.1) et les transférer dans des béchers de 400 ml. Mettre en solution de la manière indiquée en 8.1.2.

8.3.3 Verser, à l'aide d'une burette dans chacune de sept fioles jaugées de 200 ml, respectivement 0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 et 50,0 ml de solution étalon mixte B des éléments à doser (4.4.3). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.4 La solution ne contenant pas d'élément à doser est la solution de référence zéro qui sert également de solution d'essai à blanc (voir 8.2).

NOTE — Pour plus de facilité, on peut préparer une solution mère de nitrate de nickel à 80 g par litre en mettant en solution dans l'eau 20,0 g de poudre de nickel (4.1) et 120 ml d'acide nitrique (4.2) dans un bécher de 800 ml et en filtrant le tout dans une fiole jaugée de 250 ml sur un filtre en cellulose ou en laine de verre, lavé à l'acide nitrique (4.2). On évapore ensuite les aliquotes de 25,0 ml de cette solution qu'on traite de la manière indiquée en 8.1.2 et 8.3.3.

**8.4 Étalonnage et dosage**

**8.4.1 Mesurages spectrométriques**

8.4.1.1 Les raies spectrales spécifiées dans le tableau 6 doivent être utilisées pour l'analyse.

**Tableau 6 — Raies spectrales — Mode opératoire B**

Élément	Co	Cu	Fe	Mn	Zn
Longueur d'onde (nm)	241,2	327,4	252,3	403,1	213,9

8.4.1.2 Procéder de la manière indiquée en 7.4.1.3 et 7.4.1.4.

8.4.1.3 Procéder de la manière indiquée en 7.4.1.5 à 7.4.1.10 inclus en remplaçant la gamme A d'étalonnage (7.3) par la gamme B d'étalonnage (8.3).

**8.4.2 Tracé des courbes d'étalonnage**

Voir 7.4.2.

**9 Expression des résultats**

**9.1 Mode opératoire A**

9.1.1 Déterminer la concentration de l'élément à doser dans la solution d'essai à partir des courbes d'étalonnage correspondantes (7.4.2) pour les trois séries de relevés instrumentaux.

9.1.2 La teneur en élément à doser, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{\rho \times V}{m} \times 10^{-4}$$

où

$\rho$  est la concentration de l'élément à doser, exprimée en milligrammes par litre, trouvée dans la solution d'essai;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE — La moyenne des résultats des trois relevés calculés en 9.1.2 constitue un dosage. Les trois résultats donnent une indication de la fidélité des mesures d'absorption atomique.

## 9.2 Mode opératoire B

**9.2.1** Déterminer la concentration de l'élément à doser dans la solution d'essai à partir des courbes d'étalonnage correspondantes (8.4.2) pour les trois séries de relevés instrumentaux.

**9.2.2** Dans le cas du mode opératoire en 8.1.1, la teneur en élément à doser, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{\rho \times V}{m} \times 2,5 \times 10^{-4}$$

où

$\rho$ ,  $V$  et  $m$  sont les mêmes paramètres qu'en 9.1.2;

2,5 est le facteur de correction de dilution.

**9.2.3** Dans le cas du mode opératoire en 8.1.2, utiliser la formule donnée en 9.1.2.

## 9.3 Fidélité

La présente Norme internationale a été soumise à un programme d'essais interlaboratoires mettant en jeu 18 laboratoires de neuf pays différents. L'analyse a porté sur 12 échantillons, dont neuf ont été préparés spécialement par fusion et granulation, un par précipitation chimique et deux étaient des produits du commerce.

Un rapport statistique des essais interlaboratoires figure dans l'annexe B.

À noter que les données de reproductibilité incluent des erreurs dues à l'hétérogénéité éventuelle des échantillons pour essai ainsi qu'au changement d'analyste, d'instrument et de laboratoire. Ces données représentent donc les conditions les moins favorables.

Pour une répétabilité et une reproductibilité optimales, il faut que l'appareil d'absorption atomique remplisse les conditions de performances spécifiées dans l'annexe A.

## 10 Interférences et précautions

**10.1** En dosant l'argent, on veillera à éviter toute pollution des solutions de dosage et d'étalonnage par un ion chlorure.

**10.2** Les éléments ordinairement présents dans le nickel n'interfèrent pas lors de l'analyse d'absorption atomique.

**10.3** Toute la gamme de concentration est couverte par deux gammes d'étalonnage, l'une dans une matrice de nickel à 25 g/l pour les niveaux de concentration inférieurs ou égaux à 0,01 % (m/m) de l'élément à doser [0,005 % (m/m) pour Zn], et l'autre dans une matrice de nickel à 10 g/l pour les niveaux de concentration compris entre 0,01 et 0,25 % (m/m) [0,005 % à 0,025 % (m/m) pour Zn].

**10.4** La perturbation potentielle engendrée par une absorption de fond est éliminée par l'utilisation d'étalons à matrices appariées préparés à partir de nickel très pur.

**10.5** La pureté de la poudre de nickel peut se vérifier par mesure de l'absorption spécifique et non spécifique de la solution matrice.

## 11 Cas spéciaux

### 11.1 Hautes teneurs en cuivre et cobalt

Lorsque les échantillons pour essai contiennent plus de 0,25 % (m/m) et moins de 2 % (m/m) de cobalt ou de cuivre, on peut diluer davantage la solution d'essai avec de l'acide nitrique (4.3). La teneur en nickel des solutions d'étalonnage doit être alignée sur celle des solutions d'essai.

### 11.2 Hétérogénéité de l'échantillon

Si l'on soupçonne l'échantillon pour laboratoire d'une certaine hétérogénéité, il est souhaitable d'utiliser une masse plus forte d'échantillon pour préparer la solution d'essai. Dans ce cas, il est recommandé de prendre 25 g pour un volume final de 1 000 ml. La quantité d'acide nitrique doit être augmentée en proportion. Des masses d'échantillon encore supérieures peuvent être utilisées pour préparer une solution d'essai de nickel plus concentrée. Il faut néanmoins diluer cette solution ensuite pour obtenir une prise d'essai contenant 25 g de nickel par litre, comme pour les solutions d'étalonnage.

## 12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode utilisée;
- b) les résultats de l'analyse;
- c) le nombre d'essais répétés différents;
- d) les phénomènes inhabituels notés pendant l'analyse;
- e) toute opération non comprise dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

## Annexe A

### Vérification des paramètres de fonctionnement du spectromètre

(La présente annexe fait partie intégrante de la Norme.)

#### A.0 Introduction

Le fonctionnement des spectromètres d'absorption atomique de même fabrication ou de fabrications différentes peut varier d'un appareil à l'autre. Il est donc essentiel de vérifier qu'un appareil particulier remplit certaines conditions avant de l'utiliser dans la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

#### A.1 Réglages initiaux

**A.1.1** Équiper le spectromètre d'absorption atomique d'un brûleur à flamme air-acétylène à une seule fente (d'environ 10 cm normalement) à écoulement laminaire suivant les instructions du constructeur.

**A.1.2** Utiliser comme source de raies caractéristiques de l'élément à doser une lampe à cathode creuse à un seul élément, une lampe à décharge sans électrode à un seul élément ou toute autre lampe appropriée à un seul élément. Faire fonctionner la source selon les recommandations du constructeur de l'appareil.

NOTE — Les lampes à plusieurs éléments ne sont pas en général d'emploi recommandé bien que certaines lampes à alliages binaires donnent une émission plus stable que les lampes à un seul élément.

**A.1.3** Allumer le brûleur et aspirer de l'eau jusqu'à l'équilibre thermique. Utiliser une flamme pauvre en combustible.

**A.1.4** Aspirer une solution d'étalonnage de milieu de gamme de l'élément à doser et régler l'appareil sur l'absorption optimale. Utiliser les longueurs d'ondes spécifiées dans la présente Norme internationale et les réglages de fente ou de bande passante recommandés par le fabricant de l'appareil pour l'élément à doser. Une extension d'échelle peut s'avérer nécessaire.

**A.1.5** Rincer le brûleur en aspirant de l'acide nitrique dilué 1 + 19 (4.3), régler le zéro et procéder à la vérification des paramètres de fonctionnement de la manière indiquée en A.2.2 à A.2.4 inclus.

NOTE — Éviter d'aspirer pendant longtemps et sans rincer, des solutions à concentrations élevées en sels pour ne pas encrasser le brûleur.

#### A.2 Vérification des paramètres de fonctionnement

##### A.2.1 Solutions de vérification du fonctionnement

Dans la présente Norme internationale, la courbe d'étalonnage est normalement établie à partir de sept solutions d'étalonnage,

y compris la solution d'étalonnage zéro. Pour vérifier les paramètres de fonctionnement de l'appareil, choisir deux paires de solutions d'étalonnage couvrant le haut et le bas de la courbe d'étalonnage, de telle sorte que l'intervalle de concentration entre les deux solutions de concentration la plus élevée soit égal à l'intervalle entre la solution de référence et la solution d'étalonnage de concentration la plus faible. (Utiliser par exemple les solutions 1, 3, 6 et 7 des tableaux 2 ou 5.)

##### A.2.2 Lisibilité

**A.2.2.1** Aspirer les deux solutions d'étalonnage de concentration la plus élevée en élément à doser, enregistrer les indications données par l'appareil et calculer la différence.

**A.2.2.2** Diviser la différence d'indication par 20. La lisibilité de l'appareil est acceptable si ce résultat n'est pas inférieur à l'intervalle effectif minimal pouvant être lu ou estimé sur le cadran de l'appareil.

##### A.2.3 Linéarité de la réponse de l'instrument

**A.2.3.1** Aspirer la solution de référence zéro et la solution de concentration la plus faible (A.2.1) en élément à doser. Enregistrer les indications de l'appareil et calculer la différence.

**A.2.3.2** Diviser la différence entre les indications correspondant aux deux solutions de concentration la plus élevée déterminées en A.2.2.1, par la différence entre la solution de référence zéro et la solution d'étalonnage de concentration la plus faible.

**A.2.3.3** La linéarité de la réponse de l'instrument est acceptable si ce rapport est égal ou supérieur à 0,70.

**A.2.3.4** Si le rapport est inférieur à 0,70, d'autres réglages de l'instrument peuvent donner des résultats satisfaisants, sinon réduire le domaine d'application de la méthode en diminuant la concentration de la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée.

##### A.2.4 Stabilité maximale

**A.2.4.1** Aspirer de l'acide nitrique (4.3) et régler le zéro de l'appareil.

**A.2.4.2** Aspirer la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée et enregistrer l'indication.

**A.2.4.3** Aspirer de l'acide nitrique (4.3).

NOTE — L'appareil doit revenir au zéro.

**A.2.4.4** Répéter six fois la mesure sur la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée en aspirant entre chaque relevé de l'acide nitrique (4.3), mais en ne modifiant aucun réglage de l'appareil.

**A.2.4.5** La variabilité (VA), exprimée en pourcentage, des indications relevées sur la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée est donnée par la formule

$$\frac{(A_h - A_l) 0,40}{\bar{A}} \times 100$$

où

$\bar{A}$  est l'indication moyenne de l'appareil pour la solution d'étalonnage la plus concentrée calculée sur six relevés;

$A_h$  est la plus élevée des six indications de l'appareil;

$A_l$  est la plus basse des six indications de l'appareil.

NOTE —  $(A_h - A_l) 0,40$  est une estimation de l'écart-type.

**A.2.4.6** L'appareil remplit les conditions minimales de stabilité si VA est inférieur à 1,5 %.

NOTE — Cet essai peut être répété sur d'autres points de la courbe d'étalonnage. Il peut également servir à évaluer la stabilité minimale du zéro de l'appareil.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6351:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3467f21e-5a00-4fb0-b0b4-ac2b852eb9d4/iso-6351-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3467f21e-5a00-4fb0-b0b4-ac2b852eb9d4/iso-6351-1985>