
Norme internationale



7520

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

Ferro-nickel — Dosage du cobalt — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Ferronickel — Determination of cobalt content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1985-11-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7520:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6c9f34b-14f4-4bcc-86c3-1431f11cf880/iso-7520-1985>

CDU 669.243.881 : 543.422 : 546.73

Réf. n° : ISO 7520-1985 (F)

Descripteurs : nickel, ferro-nickel, analyse chimique, dosage, cobalt, 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 7520 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

[ISO 7520:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5c9f34b-14f4-4bcc-86c3-1431b1e680/iso-7520-1985)

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.

Ferro-nickel — Dosage du cobalt — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du cobalt par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme dans les ferro-nickels dont la teneur en cobalt est comprise entre 0,025 et 2,5 % (*m/m*).

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.*

ISO 6352, *Ferro-nickel — Dosage du nickel — Méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique. Précipitation de la silice par déshydratation dans l'acide perchlorique. Élimination de la silice par filtration. Addition de lanthane pour éliminer les interférences éventuelles. Dosage du cobalt par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme air-acétylène à une longueur d'onde de 240,7 nm.

NOTE — Ce dosage peut être effectué sur les solutions provenant du dosage du nickel selon l'ISO 6352.

4 Réactifs

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

4.1 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml, dilué 1 + 9.

4.3 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,41$ g/ml, dilué 1 + 1.

4.4 Acide perchlorique, $\rho_{20} = 1,61$ g/ml [72 % (*m/m*)].

4.5 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,14$ g/ml, dilué 1 + 1.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique exerce une action extrêmement irritante et corrosive sur la peau et les membranes muqueuses, provoquant des brûlures sévères de la peau qui sont lentes à guérir. En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau et consulter un médecin.

4.6 Lanthane, solution contenant 200 g de La par litre.

Peser 250 g de chlorure de lanthane hexahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) et transférer dans un bécher de 600 ml. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 300 ml d'eau. Agiter jusqu'à dissolution complète. Filtrer, si nécessaire, dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.7 Nickel et fer, solution mère contenant 12 g de Ni et de 28 g de Fe par litre.

4.7.1 Peser 12,0 g de nickel en poudre de haute pureté [contenant moins de 0,001 % (*m/m*) de cobalt] dans un bécher de 800 ml. Ajouter 50 ml d'eau et 50 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Une fois la réaction initiale terminée, agiter et chauffer jusqu'à dissolution complète. Diluer à environ 250 ml avec de l'eau.

4.7.2 Peser 28,0 g de fer en poudre de haute pureté [contenant moins de 0,001 % (*m/m*) de cobalt] dans un bécher de 800 ml. Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1. Ajouter prudemment 50 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et chauffer jusqu'à dissolution complète et oxydation du fer. Diluer à environ 250 ml.

4.7.3 Combiner prudemment la solution de nickel (4.7.1) et la solution de fer (4.7.2). Filtrer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.8 Cobalt, solution étalon correspondant à 0,500 g de Co par litre.

Peser à 0,001 g près, 0,500 g de cobalt en poudre de haute pureté [99,9 % (*m/m*) Co, minimum], transférer dans un bécher de 600 ml et ajouter 40 ml d'acide nitrique (4.3). Chauffer jusqu'à dissolution complète, faire bouillir légèrement pour

éliminer les oxydes d'azote, laisser refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant 160 ml d'acide nitrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,500 mg de Co.

5 Appareillage

Verrerie courante de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur laminaire pour flamme air-acétylène, et d'une lampe à cathode creuse pour le cobalt.

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

5.3 Bêcher en verre, de capacité 600 ml, à fond plat, propres et non lavés à l'acide.

5.4 Pipettes, de capacités 25 et 50 ml, conformes à l'ISO 648, classe A.

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

5.6 Bêcher en polytétrafluoroéthylène (PTFE), de capacité 600 ml, pour les échantillons à teneur élevée en silicium.

6 Échantillonnage et échantillons

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

6.2 L'échantillon pour laboratoire se présente normalement sous la forme de copeaux de fraisage ou de perçage, ou de granules ne nécessitant aucune préparation ultérieure.

6.3 Si l'on estime que l'échantillon pour laboratoire a été contaminé par de l'huile ou de la graisse au cours du fraisage ou du perçage, le laver à l'acétone très pure et le sécher à l'air.

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

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique fumant est un oxydant puissant et peut provoquer un mélange explosif lorsqu'il est en contact avec des matières organiques. Toutes les évaporations doivent se faire sous une hotte appropriée pour l'emploi d'acide perchlorique.

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, entre 3,9 et 4,1 g d'échantillon et transférer dans un bêcher en verre (5.3).

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs.

7.3 Préparation de la solution d'essai

7.3.1 Dissoudre la prise d'essai (7.1) en ajoutant 25 ml d'eau puis 50 ml d'acide nitrique (4.3). Couvrir le bêcher avec un verre de montre et chauffer doucement, si nécessaire, jusqu'à dissolution complète.

NOTE — Pour les échantillons de ferro-nickel contenant plus de 1 % (m/m) de silicium, utiliser un bêcher en polytétrafluoroéthylène (5.6). Attaquer la prise d'essai en ajoutant successivement 25 ml d'eau, 40 ml d'acide nitrique (4.3) et 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Pour obtenir une mise en solution complète de l'échantillon, ajouter à la fin de l'effervescence 10 ml d'acide fluorhydrique (4.5) et 40 ml d'acide perchlorique (4.4). Chauffer jusqu'à dégagement de fumées perchloriques. Laisser refroidir et transférer quantitativement la solution dans un bêcher en verre (5.3). Chauffer à 260 °C jusqu'à dégagement d'abondantes fumées perchloriques. Maintenir à cette température pendant 20 min et continuer comme indiqué en 7.3.2, « Retirer le bêcher... ».

7.3.2 Lorsque le métal est dissous, ajouter 40 ml d'acide perchlorique (4.4) et chauffer à 260 °C jusqu'à dégagement d'abondantes fumées blanches. Maintenir à cette température pendant 20 min. Retirer le bêcher de la plaque chauffante et laisser refroidir. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 200 ml d'eau tiède. Filtrer la silice sur un papier filtre de porosité moyenne, et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Rincer le bêcher et laver le précipité de silice trois fois avec l'acide chlorhydrique dilué 1 + 9 et quatre fois à l'eau tiède. Jeter le précipité de silice. Ajouter 50 ml de solution de lanthane (4.6) au filtrat, compléter au volume avec de l'eau et bien homogénéiser (solution d'essai A).

7.4 Préparation des solutions d'étalonnage

7.4.1 Série A

7.4.1.1 Introduire dans six bêchers de 150 ml, des portions de 50,0 ml de la solution mère de nickel et de fer (4.7).

7.4.1.2 À l'aide d'une burette (5.2), ajouter 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 et 10,0 ml de solution étalon de cobalt (4.8). Ajouter 20 ml d'acide perchlorique (4.4) et chauffer jusqu'aux toutes premières fumées blanches. Laisser refroidir, ajouter 50 ml d'eau et transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml contenant 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Ajouter 25 ml de solution de lanthane (4.6), compléter au volume avec l'eau et homogénéiser.

7.4.2 Série B

7.4.2.1 Introduire dans six bêchers de 150 ml des portions de 5 ml de la solution mère de nickel et de fer (4.7).

7.4.2.2 Voir 7.4.1.2.

7.5 Étalonnage et dosage

7.5.1 Teneurs envisagées en cobalt de 0,025 à 0,25 % (m/m)

Effectuer le dosage avec la solution d'essai A (7.3.2) et les solutions d'étalonnage de la série A (7.4.1).

7.5.1.1 Régler le spectromètre d'absorption atomique suivant les instructions du fabricant; utiliser une lampe à cathode creuse pour le cobalt et une longueur d'onde de 240,7 nm.

7.5.1.2 Allumer le brûleur et régler le débit d'air et d'acétylène de manière à obtenir une flamme légèrement oxydante, claire et non luminescente lorsqu'on fait passer de l'eau.

7.5.1.3 Aspirer la solution d'essai A (7.3.2) dans la flamme et noter l'absorbance.

7.5.1.4 Aspirer de l'eau et s'assurer que l'absorbance redevient nulle.

7.5.1.5 Aspirer les solutions d'étalonnage de la série A (7.4.1) dans l'ordre croissant d'absorbance et noter les valeurs correspondantes obtenues. Purger le système en faisant passer de l'eau après chaque mesure.

7.5.1.6 Aspirer la solution d'essai à blanc et noter l'absorbance.

7.5.1.7 Répéter la mesure avec la solution d'essai, la solution d'essai à blanc et les solutions d'étalonnage pour vérifier la répétabilité des mesures.

NOTES

1 Si la répétabilité est mauvaise, il se peut que l'appareil soit défectueux ou que les solutions ne soient pas aspirées à la même vitesse.

2 S'assurer que la mesure obtenue avec la solution soit comprise entre celles obtenues avec deux solutions étalons contenant des quantités de cobalt aussi proches que possible de celle dans l'échantillon.

7.5.2 Teneurs envisagées en cobalt de 0,25 à 2,5 % (m/m)

7.5.2.1 À l'aide d'une pipette, transférer 25,0 ml de la solution d'essai A (7.3.2) dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter 12 ml de solution de lanthane (4.6), 10 ml d'acide perchlorique (4.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (solution d'essai B).

7.5.2.2 Diluer la solution d'essai à blanc de la manière indiquée en 7.5.2.1.

7.5.2.3 Procéder au dosage de la manière indiquée en 7.5.1, en utilisant la solution d'essai B (7.5.2.1), la solution d'essai à blanc (7.5.2.2) et la série des solutions d'étalonnage de la série B (7.4.2).

7.6 Préparation des courbes d'étalonnage

Tracer les mesures obtenues pour chacune des solutions d'étalonnage, diminuées de la valeur obtenue avec la solution de référence zéro, en fonction de la concentration de cobalt dans la solution d'étalonnage.

NOTE — Certains instruments peuvent être réglés de façon à donner une lecture directe de la concentration en élément à doser. Dans ce cas, tracer une courbe donnant la réponse de l'appareil en fonction de la concentration, pour vérifier la linéarité et la validité des résultats.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

8.1.1 Déterminer, sur la courbe d'étalonnage, la concentration en cobalt dans la solution d'essai et dans la solution d'essai à blanc.

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

$$\frac{V(\varrho_1 - \varrho_0)}{m} \times 10^{-4} \times f$$

où

ϱ_1 est la concentration, exprimée en milligrammes par litre, de cobalt dans la solution d'essai;

ϱ_0 est la concentration, exprimée en milligrammes par litre, dans l'essai à blanc;

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

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

f est le facteur de dilution de la solution d'essai ($f=10$ pour la solution B).

8.2 Fidélité

La présente Norme internationale a été soumise à un programme d'essais interlaboratoires limité faisant intervenir sept laboratoires dans quatre pays. Huit échantillons de ferro-nickel commercial contenant de 21 à 41 % (m/m) de nickel et de 0,6 à 1,3 % (m/m) de cobalt ont été analysés.

La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées suivant la méthode de l'ISO 5725, et l'on a obtenu les résultats indiqués dans le tableau. On prévoit que r et R décroîtront proportionnellement aux teneurs en cobalt.

Tableau — Résultats de l'analyse statistique

Teneur en nickel [% (m/m)]	20 à 25	25 à 40
Teneur en cobalt [% (m/m)]	0,7	0,7 à 1,3
Écart-type		
— intralaboratoire, s_w	0,021	0,044
— interlaboratoire, s_b	0,013	0,028
Répétabilité, $r = 2,83 \sqrt{s_w^2}$	0,06	0,12
Reproductibilité, $R = 2,83 \sqrt{s_w^2 + s_b^2}$	0,07	0,15

9 Cas particuliers

Dans le cas où l'on utilise la solution provenant du dosage du nickel par la méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime, une aliquote appropriée doit être prélevée et du lanthane doit être ajouté pour doser le cobalt suivant les principes spécifiés en 7.5.2.

10 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats de l'analyse;
- le nombre d'essais indépendants sur le même échantillon;
- tout détail inhabituel observé au cours de l'analyse;
- toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7520:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6c9f34b-14f4-4bcc-86c3-1431f11cf880/iso-7520-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7520:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6c9f34b-14f4-4bcc-86c3-1431f11cf880/iso-7520-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7520:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6c9f34b-14f4-4bcc-86c3-1431f11cf880/iso-7520-1985>