

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**7530-1**

Première édition  
1990-12-15

Corrigée et réimprimée  
1992-02-15

---

---

## Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

### Partie 1:

Caractéristiques générales et mise en solution  
de l'échantillon

[ISO 7530-1:1990](#)

<https://standards.iteh.ai/standards/iso-7530-1-1990>  
*Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —  
Part 1: General requirements and sample dissolution*



Numéro de référence  
ISO 7530-1:1990(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7530-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des alliages de nickel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd402be1-060b-4479-b1e9->

L'ISO 7530 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*:

- *Partie 1: Caractéristiques générales et mise en solution de l'échantillon*
- *Partie 2: Dosage du cobalt*
- *Partie 3: Dosage du chrome*
- *Partie 4: Dosage du cuivre*
- *Partie 5: Dosage du fer*
- *Partie 6: Dosage du manganèse*
- *Partie 7: Dosage de l'aluminium*
- *Partie 8: Dosage du silicium*
- *Partie 9: Dosage du vanadium*

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation Internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 7530.  
L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

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

ISO 7530-1:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd402be1-060b-4479-b1e9-ac1c528e442a/iso-7530-1-1990>

## Introduction

L'ISO 7530 comprend plusieurs parties. La première partie est utilisable en introduction aux autres parties qui spécifient comment doser par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme les divers éléments des alliages de nickel.

Les méthodes d'analyse font l'objet de normes indépendantes, mais il est possible de doser plusieurs éléments avec la même solution d'essai si l'on ajuste en conséquence la masse d'échantillon et les taux de dilution initiaux et subséquents.

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

[ISO 7530-1:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd402be1-060b-4479-b1e9-ac1c528e442a/iso-7530-1-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd402be1-060b-4479-b1e9-ac1c528e442a/iso-7530-1-1990>

# Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

## Partie 1:

### Caractéristiques générales et mise en solution de l'échantillon

**AVERTISSEMENT** — Les recommandations du fabricant doivent être scrupuleusement suivies et une attention particulière doit être apportée aux points de sécurité suivants:

- a) la nature explosive de l'acétylène et le réglage concernant son utilisation,
- b) le besoin de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes teintées,
- c) le besoin de maintenir la tête du brûleur propre et exempte de dépôts. Un brûleur encrassé peut produire des retours de flamme,
- d) le besoin de s'assurer que le siphon est rempli d'eau,
- e) nébuliser toujours de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.

## 1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 7530 prescrit comment doser par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme dans les alliages de nickel, le cobalt, le chrome, le cuivre, le fer, le manganèse et l'aluminium à des teneurs jusqu'à 4 % (*m/m*), le silicium à des teneurs jusqu'à 2 % (*m/m*) et le vanadium à des teneurs comprises entre 0,05 % (*m/m*) et 1 % (*m/m*). Les compositions types de certains alliages de nickel figurent en annexe B.

1.2 La présente partie de l'ISO 7530 prescrit les caractéristiques générales de l'analyse par absorption atomique dans la flamme, les conditions de préparation et de mise en solution de l'échantillon d'essai, la méthode de calcul et les modes opératoires suivis pour évaluer la répétabilité et la reproductibilité des diverses méthodes spécifiées dans les autres parties.

## 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 partie de l'ISO 7530. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 7530 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 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 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais inter-laboratoires.*

### 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide, évaporation de l'acide en excès et remise en solution des sels.

Addition d'un suppresseur d'ionisation, si nécessaire, et dilution de la solution à un volume connu.

Aspiration de la solution, après une seconde dilution, si nécessaire, dans la flamme air/acétylène ou monoxyde de diazote/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesure de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance du spectre de l'élément dosé et comparaison de celle-ci avec l'absorption de solutions d'étalonnage du même élément.

### 4 Réactifs

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

**4.1 Métaux très purs**, 99,9 % (m/m) au minimum, suivant les spécifications de la partie correspondante de l'ISO 7530.

**4.2 Acide nitrique**, (HNO<sub>3</sub>),  $\rho_{20} = 1,41$  g/ml.

**4.3 Acide nitrique**, (HNO<sub>3</sub>),  $\rho_{20} = 1,41$  g/ml dilué (1 + 1).

**4.4 Acide chlorhydrique**, (HCl),  $\rho_{20} = 1,18$  g/ml.

**4.5 Acide chlorhydrique**, (HCl),  $\rho_{20} = 1,18$  g/ml dilué (1 + 1).

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

**ATTENTION — Ce mélange d'acides est très corrosif et instable. Des gaz toxiques (chlore) sont libérés. Il doit être préparé sous une hotte et ne doit pas être conservé dans des flacons fermés.**

Mélanger avec soin 1 partie d'acide nitrique (4.2) et 3 parties d'acide chlorhydrique (4.4). Ce mélange n'est pas stable et doit être préparé au fur et à mesure des besoins.

**4.7 Solutions étalons de référence**, 1,000 g/l de métal.

À préparer séparément pour chaque métal selon les indications de la partie correspondante de l'ISO 7530.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

#### 5.1 Spectromètre d'absorption atomique

**5.1.1** Le spectromètre d'absorption atomique utilisé pour cette méthode doit présenter les caractéristiques de fonctionnement indiquées en annexe A.

**5.1.2** L'appareil doit être équipé de têtes de brûleur adaptées aux deux flammes air/acétylène et monoxyde de diazote/acétylène.

**5.1.3** L'appareil doit pouvoir utiliser des lampes à cathode creuse à un seul élément ou des lampes à décharge sans électrodes aux intensités de courant recommandées par leur fabricant.

#### 5.2 Verrerie jaugée

**5.2.1 Burette**, d'une capacité de 50 ml, graduée en 0,1 ml, conforme aux spécifications de l'ISO 385-1, classe A.

**5.2.2 Pipettes**, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

**5.2.3 Fioles jaugées**, à un trait, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

### 6 Prélèvement et préparation des échantillons

**6.1** Le prélèvement et la préparation de l'échantillon pour laboratoire doivent s'effectuer suivant les méthodes normales acceptées ou, en cas de litige, par une méthode figurant dans la Norme internationale correspondante.

**6.2** L'échantillon pour laboratoire prend normalement la forme de copeaux de meulage ou de perçage sans autre préparation subsidiaire.

**6.3** Si l'on pense que l'échantillon pour laboratoire a pu être contaminé par de l'huile ou de la graisse pendant le meulage ou le perçage, on doit le nettoyer par lavage à l'acétone très pur, puis le sécher à l'air.

**6.4** Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles très différentes, l'échantillon pour essai devra être obtenu par la méthode du diviseur à lames.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'essai — Méthode générale

**7.1.1** Peser à 0,001 g près 1,00 g d'échantillon pour laboratoire et transférer dans un bécher de 600 ml propre et non décapé à l'acide. Ajouter 20 ml du mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique (4.6). Chauffer suffisamment pour amorcer la réaction et la maintenir jusqu'à mise en solution complète. Si l'alliage résiste à la mise en solution, procéder à quelques ajustements du mélange acide. Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.4) par portions de 1 ml et continuer à chauffer jusqu'à mise en solution de l'échantillon.

**7.1.2** Faire évaporer la solution à feu doux jusqu'à siccité. Ne pas calciner. Refroidir à 50 °C environ; ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et refaire évaporer jusqu'à siccité. Ajouter encore 25 ml d'acide chlorhydrique et refaire évaporer.

**7.1.3** Refroidir à 50 °C environ, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et 20 ml d'eau et faire chauffer pour mettre les sels en solution.

**7.1.4** Poursuivre comme indiqué dans la partie correspondante de l'ISO 7530.

#### NOTES

1 Certains alliages à forte teneur en cuivre peuvent être mis en solution dans de l'acide nitrique dilué 1 + 1. Pour certains autres, un mélange acide à 30 ml d'acide chlorhydrique et 2 ml d'acide nitrique est plus efficace.

2 La méthode générale de mise en solution peut être modifiée de la manière spécifiée dans les autres parties de l'ISO 7530.

3 Si l'on soupçonne l'échantillon de ne pas être homogène, on peut prélever pour analyse une masse supérieure d'échantillon, par exemple, 10 g à 50 g. Une partie aliquote correspondant à 1 g d'échantillon doit toutefois être prélevée sur cette solution et soumise ensuite au mode opératoire indiqué.

### 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 des solutions d'étalonnage

Procéder de la manière indiquée dans la partie correspondante de l'ISO 7530.

### 7.4 Étalonnage et dosage

#### 7.4.1 Mesurages d'absorption atomique

**7.4.1.1** Les raies spectrales à utiliser pour l'analyse de chaque élément sont spécifiées dans la partie correspondante de l'ISO 7530.

**7.4.1.2** Régler l'appareillage sur les paramètres requis suivant les recommandations du fabricant. Allumer le brûleur et aspirer de l'eau jusqu'à ce que l'équilibre thermique soit atteint. L'état de la flamme dépend de l'élément dosé. Mettre l'appareil au zéro.

**7.4.1.3** Vérifier que l'appareil présente les caractéristiques de fonctionnement données en annexe A. Le réglage optimal des paramètres de fonctionnement varie d'un appareil à l'autre. Il peut s'avérer nécessaire d'étendre l'échelle de mesure pour obtenir la lisibilité requise.

**7.4.1.4** Vérifier que les solutions d'étalonnage et la ou les solution(s) d'essai sont à la même température à 1 °C près.

**7.4.1.5** Aspirer de l'eau et mettre l'appareil au zéro.

**7.4.1.6** Aspirer les solutions d'étalonnage et la ou les solution(s) d'essai et noter les lectures correspondantes pour déterminer la concentration approximative des solutions d'essai.

**7.4.1.7** Aspirer de l'eau jusqu'à obtenir de nouveau la lecture initiale. Remettre l'appareil au zéro si nécessaire.

**7.4.1.8** Aspirer les solutions d'étalonnage et la ou les solutions d'essai dans l'ordre de réponse croissante de l'appareil en commençant par la solution à blanc. Dès qu'on obtient la réponse stable, enregistrer la lecture, purger le système en aspirant de l'eau entre chaque solution d'essai ou d'étalonnage.

**7.4.1.9** Répéter deux fois encore les mesures sur toute la série des solutions d'étalonnage et d'essai et noter les résultats.

#### 7.4.2 Préparation des courbes d'étalonnage

Tracer la courbe de la réponse moyenne de l'appareil en fonction de la concentration de l'élément à doser dans les solutions d'étalonnage pour chaque série de mesurages. Procéder aux calculs de la manière indiquée dans l'article 8.

NOTE 4 Certains instruments peuvent être réglés de manière à donner une lecture directe de la concentration de l'élément dosé. Une courbe de réponse de l'appareil en fonction de la concentration doit néanmoins être tracée pour vérifier la validité des lectures.

## 7.5 Nombre de déterminations

Effectuer le dosage au moins en double.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul

8.1.1 Déterminer la concentration de l'élément à doser dans la solution d'essai à partir des courbes d'étalonnage correspondant à chacune des trois séries de résultats notés.

8.1.2 Calculer le pourcentage en masse d'élément à doser dans l'échantillon pour essai de la manière suivante:

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

où

- $\rho$  est la concentration de l'élément à doser, en milligrammes par litre, dans la solution d'essai moins le blanc;
- $V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai initiale;
- $F$  est le facteur de dilution de la dilution secondaire;
- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE 5 La moyenne calculée des résultats de trois lectures correspond à un dosage. Les trois résultats donnent une indication de la fidélité des mesurages d'absorption atomique.

## 8.2 Fidélité

### 8.2.1 Essai en laboratoire

Les méthodes indiquées dans les parties suivantes de l'ISO 7530 ont été soumises à des essais interlaboratoires. Les échantillons ont été analysés en double à différents jours.

### 8.2.2 Analyse statistique

8.2.2.1 Les résultats du programme d'essais interlaboratoires ont été évalués suivant l'ISO 5725. Les données ont été testées par les tests de Cochran et Dixon de l'ISO 5725 pour détecter les valeurs statistiquement aberrantes éventuelles.

8.2.2.2 Le principe du test de Cochran veut qu'une série de résultats soit aberrante si la variance d'un même laboratoire est trop grande par rapport à celle des autres laboratoires. Le test de Dixon est utilisé si la moyenne d'un laboratoire est trop éloignée de celle des autres laboratoires. Les deux tests sont effectués au niveau de confiance de 95 %.

8.2.2.3 La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées suivant les indications de l'ISO 5725 au niveau de confiance de 95 %. Les résultats de l'analyse statistique ainsi que l'écart-type intra et interlaboratoire sont donnés pour chaque élément dans la partie correspondante de l'ISO 7530.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- la référence de la méthode d'essai utilisée;
- les résultats de l'analyse;
- le nombre d'essais en double indépendants;
- les faits inhabituels notés durant l'analyse;
- toutes les opérations ne figurant pas dans cette partie de l'ISO 7530, ou considérées comme facultatives.



## Annexe A (normative)

### Vérification des paramètres de fonctionnement du spectromètre

#### A.1 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 l'ISO 7530.

#### A.2 Réglages initiaux

**A.2.1** Équiper le spectromètre d'absorption atomique d'un brûleur à flamme air-acétylène ou à oxyde nitreux/acétylène à une seule fente à écoulement laminaire suivant les instructions du constructeur.

**A.2.2** 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 6** Les lampes à plusieurs éléments ne sont pas en général d'emploi recommandé bien que certaines lampes à alliage binaire donnent une émission plus stable que les lampes à un seul élément.

**A.2.3** Allumer le brûleur et aspirer de l'eau jusqu'à l'équilibre thermique.

**A.2.4** 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'onde spécifiées dans les parties suivantes de l'ISO 7530 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.2.5** Rincer le brûleur en aspirant de l'acide chlorhydrique dilué 1+19, régler le zéro et procéder à la vérification des paramètres de fonctionnement de la manière indiquée en A.3.2 à A.3.4 inclus.

#### A.3 Vérification des paramètres de fonctionnement

##### A.3.1 Solutions de vérification du fonctionnement

Dans les parties suivantes de l'ISO 7530, la courbe d'étalonnage est normalement établie à partir de cinq 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.

##### A.3.2 Lisibilité

**A.3.2.1** 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.3.2.2** 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.3.3 Linéarité de la réponse de l'instrument

**A.3.3.1** Aspirer la solution de référence zéro et la solution de concentration la plus faible (A.3.1) en élément à doser. Enregistrer les indications de l'appareil et calculer la différence.

**A.3.3.2** Diviser la différence entre les indications correspondant aux deux solutions de concentration la plus élevée déterminées en A.3.2.1, par la différence entre la solution de référence zéro et la solution d'étalonnage de concentration la plus faible.

**A.3.3.3** La linéarité de la réponse de l'instrument est acceptable si ce rapport est égal ou supérieur à 0,70.