

NORME INTERNATIONALE

ISO
7530-6

Première édition
1990-12-15

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

Partie 6:

Dosage du manganèse (standards.iteh.ai)

Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —

Part 6: Determination of manganese content
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/7530-6-1990/4a2cdce6aff6/iso-7530-6-1990>



Numéro de référence
ISO 7530-6:1990(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 7530-6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

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

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

Partie 6: Dosage du manganèse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7530 prescrit une méthode de dosage par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme du manganèse contenu à des teneurs comprises entre 0,01 % (*m/m*) et 4 % (*m/m*) dans les alliages de nickel. Les compositions types de certains alliages de nickel sont données dans l'ISO 7530-1.

Les prescriptions générales concernant l'appareillage, l'échantillonnage, la mise en solution de l'échantillon pour essai, les mesurages d'absorption atomique, les calculs et le rapport d'essai, sont données dans l'ISO 7530-1.

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

1) À publier.

ISO 7530-1:—¹⁾, *Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme — Partie 1: Caractéristiques générales et mise en solution de l'échantillon.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide et aspiration de la solution dans la flamme air/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesurage de l'absorbance de l'énergie de la raie de résonance du spectre de manganèse et comparaison de celle-ci avec l'absorbance des solutions d'étalonnage à une longueur d'onde de 279,5 nm.

4 Réactifs

Outre les réactifs énumérés dans l'ISO 7530-1, les réactifs spéciaux suivants sont nécessaires:

4.1 Chlorure de strontium, solution

Transférer dans un bécher de 600 ml, 113,5 g de chlorure de strontium hexahydraté ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$); mettre en solution avec 400 ml d'eau chaude (50 °C à 60 °C), refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Le chlorure de strontium doit être exempt de métaux lourds.

4.2 Manganèse, solution étalon de référence (1,000 g/l)

Peser à 0,001 g près, 1,000 g de manganèse métallique, d'une pureté minimale de 99,9 % (*m/m*) et

transférer dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) dilué 1 + 1 et 2 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Chauffer pour amorcer la réaction et jusqu'à mise en solution complète. Ajouter 0,5 ml de peroxyde d'hydrogène. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer au trait de jauge avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans un flacon en polyéthylène.

4.3 Manganèse, solution étalon (50 mg/l)

Verser à la pipette dans un flacon jaugé de 1000 ml, 50 ml de solution étalon de référence de manganèse (4.2); ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et diluer au trait de jauge avec de l'eau. Homogénéiser et conserver dans un flacon en polyéthylène.

4.4 Peroxyde d'hydrogène, 300 g/l ($\rho_{20} = 1,1$ g/ml).

5 Appareillage

L'appareillage requis est spécifié à l'article 5 de l'ISO 7530-1.

6 Prélèvement et préparation des échantillons

Voir l'article 6 de l'ISO 7530-1.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution d'essai

Procéder de la manière indiquée en 7.1.1 à 7.1.4 de l'ISO 7530-1. Ajouter 0,25 ml de peroxyde d'hydrogène (4.4) pour la mise en solution finale des sels.

7.1.1 Première dilution

7.1.1.1 Première dilution pour les teneurs en manganèse comprises entre 0,01 % (m/m) et 0,10 % (m/m)

Transvaser la solution d'essai (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 4 ml de solution de chlorure de strontium (4.1), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Éliminer les produits d'hydrolyse éventuelle par décantation et filtration à sec ou centrifugation.

7.1.1.2 Première dilution pour les teneurs en manganèse comprises entre 0,1 % (m/m) et 4,0 % (m/m)

Transvaser la solution d'essai (7.1) dans une fiole

jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Éliminer les produits d'hydrolyse éventuelle par décantation et filtration à sec ou centrifugation.

7.1.2 Dilution secondaire

7.1.2.1 Dilution secondaire pour les teneurs en manganèse comprises entre 0,1 % (m/m) et 0,8 % (m/m)

Verser à la pipette 50 ml de solution de 7.1.1.2 dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de strontium et 3 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.2.2 Dilution secondaire pour les teneurs en manganèse comprises entre 0,4 % (m/m) et 4 % (m/m)

Verser à la pipette 10 ml de solution 7.1.1.2 dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de strontium et 5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.2 Solution de réactif à blanc

Effectuer un essai à blanc en parallèle du dosage en suivant le même mode opératoire et avec les mêmes quantités de tous les réactifs.

7.3 Solutions d'étalonnage du manganèse

Transférer à la pipette dans chacune des cinq fioles jaugées de 100 ml, 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml et 20 ml de solution étalon de manganèse (4.3); ajouter 4 ml de solution de chlorure de strontium et 5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.4 Étalonnage et dosage

7.4.1 Mesurages d'absorption atomique

Procéder de la manière indiquée en 7.4.1 de l'ISO 7530-1 à la longueur d'onde de 279,5 nm et avec une flamme air/acétylène.

7.4.2 Préparation des courbes d'étalonnage

Procéder de la manière indiquée en 7.4.2 de l'ISO 7530-1.

7.5 Nombre de déterminations

Effectuer le dosage au moins en double.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Procéder de la manière indiquée en 8.1 de l'ISO 7530-1.

8.2 Fidélité

8.2.1 Essais en laboratoire

Onze laboratoires de 6 pays différents ont participé à des essais suivant ce mode opératoire sur six échantillons de la composition nominale donnée au tableau 1.

8.2.2 Analyse statistique

8.2.2.1 Les résultats ont été traités suivant les règles de l'ISO 5725 de la manière décrite en 8.2.2 de l'ISO 7530-1. Les résultats de cette analyse sont donnés au tableau 2.

8.2.2.2 Trois laboratoires ont vu leurs résultats rejetés comme aberrants au test de Cochran pour l'échantillon 902 et un pour les échantillons 7013 et 7049. Deux laboratoires ont aussi vu leurs résultats rejetés comme «dispersés» au test de Dixon pour l'échantillon 7049.

9 Rapport d'essai

Se reporter à l'article 9 de l'ISO 7530-1.

Tableau 1 — Composition nominale des échantillons pour essai [% (m/m)]

| Échantillon | Al | Co | Cr | Cu | Fe | Mn | Ni | Si | Ti |
|-------------|------|------|----|------|-----|------|----------|------|-----|
| 825 | 0,2 | 0,07 | 21 | 1,6 | 30 | 0,7 | Le reste | 0,4 | 1,1 |
| 902 | 0,4 | 0,05 | 5 | 0,04 | 48 | 0,4 | Le reste | 0,35 | 2,5 |
| 3920 | 0,15 | 2 | 19 | 0,1 | 3 | 0,3 | Le reste | 0,6 | 2,3 |
| 3927 | 0,1 | 1 | 20 | 0,05 | 44 | 0,4 | Le reste | 0,8 | 0,6 |
| 7013 | 1,5 | 17 | 20 | 0,2 | 0,2 | 0,05 | Le reste | 0,7 | 2,4 |
| 7049 | 1 | 0,01 | 15 | 0,15 | 7 | 0,8 | Le reste | 0,3 | 2,3 |

Tableau 2 — Résultats de l'analyse statistique

| Référence de l'échantillon | Moyenne % (m/m) | Écart-type intralaboratoires | Écart-type interlaboratoires | Répétabilité | Reproductibilité |
|----------------------------|-----------------|------------------------------|------------------------------|--------------|------------------|
| 825 | 0,74 | 0,015 | 0,027 | 0,043 | 0,088 |
| 902 | 0,37 | 0,003 2 | 0,017 | 0,009 | 0,05 0 |
| 3920 | 0,28 | 0,003 8 | 0,009 3 | 0,011 | 0,028 |
| 3927 | 0,39 | 0,005 0 | 0,016 | 0,014 | 0,048 |
| 7013 | 0,058 | 0,000 7 | 0,001 6 | 0,001 9 | 0,004 8 |
| 7049 | 0,81 | 0,004 8 | 0,007 4 | 0,013 | 0,025 |

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-6:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f12a272-710e-4b86-91bf-4a2cdce6af6f/iso-7530-6-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-6:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f12a272-710e-4b86-91bf-4a2cdce6af6f/iso-7530-6-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-6:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f12a272-710e-4b86-91bf-4a2cdce6af6f/iso-7530-6-1990>

CDU 669.245:543.422:546.711

Descripteurs: alliage de nickel, analyse chimique, dosage, manganèse, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 3 pages
