

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7530-7

Première édition
1992-09-15

**Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie
d'absorption atomique dans la flamme —
Partie 7:
Dosage de l'aluminium**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8fab3f4-b863-407b-bcd0-6c2af49ef6e7/iso-7530-7-1992>

*Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —
Part 7: Determination of aluminium content*



Numéro de référence
ISO 7530-7:1992(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 7530-7 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des 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 1992

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 7:

Dosage de l'aluminium

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7530 prescrit une méthode de dosage par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme de l'aluminium à des teneurs comprises entre 0,2 % (m/m) et 4 % (m/m) dans les alliages de nickel. Les compositions types de certains alliages de nickel sont données dans l'annexe B de l'ISO 7530-1:1990.

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.*

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.

3 Principe

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

Combustion du filtre contenant le résidu de la dissolution acide et volatilisation de la silice avec l'acide fluorhydrique. Fusion du résidu avec du pyrosulfate de potassium, dissolution du culot de fusion dans l'acide dilué et aspiration de cette deuxième solution dans la flamme monoxyde de diazote/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesurage de l'absorbance de l'énergie de la raie de résonance du spectre d'aluminium et comparaison de celle-ci avec l'absorbance des solutions d'étalonnage à une longueur d'onde de 309,3 nm.

Addition des résultats des deux solutions.

4 Réactifs

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

4.1 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,15$ g/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est très irritant et corrosif pour la peau et les muqueuses, provoquant des brûlures sévères qui guérissent lentement. En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau et demander un avis médical.

4.2 Pyrosulfate de potassium ($K_2S_2O_7$), poudre.

4.3 Chlorure de potassium (KCl), solution.

Transférer 48 g de chlorure de potassium dans un bécher de 600 ml, dissoudre dans 500 ml d'eau et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

4.4 Aluminium, solution étalon de référence (1,000 g/l).

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g d'aluminium métallique, d'une pureté minimale de 99,9 % (*m/m*) et transférer dans un bécher de 400 ml. Ajouter une petite goutte de mercure, 30 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) dilué 1 + 1 et chauffer jusqu'à mise en solution complète. Filtrer la solution à travers un papier filtre rapide de 7 cm dans un bécher de 400 ml. Laver le filtre avec 100 ml d'eau chaude. Ajouter au filtrat 85 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml), refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au trait de jauge avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans un flacon en polyéthylène.

AVERTISSEMENT — Le mercure est hautement toxique et a une pression de vapeur élevée. Il doit être stocké dans des réservoirs résistants et hermétiquement fermés. Le mercure liquide doit être transvasé de façon que s'il venait à se répandre accidentellement, il soit récupéré et l'emplacement du déversement immédiatement et soigneusement nettoyé.

ATTENTION — Éliminer le mercure suivant les réglementations locales.

4.5 Aluminium, solution étalon (100 mg/l).

Prélever, à la pipette, 100 ml de la solution étalon de référence (4.4) et l'introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 90 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer approximativement à 800 ml avec de l'eau, refroidir, diluer au trait de jauge, homogénéiser et conserver dans un flacon en polyéthylène.

5 Appareillage

Outre l'appareillage spécifié à l'article 5 de l'ISO 7530-1:1990, les matériels de laboratoire suivants sont requis.

5.1 Bêchers en plastique, de 100 ml ou 250 ml de capacité, de préférence en polytétrafluoroéthylène.

5.2 Creusets, ou capsules, en platine.

6 Prélèvement et préparation des échantillons

Voir l'article 6 de l'ISO 7530-1:1990.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

7.1.1 Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide

Peser, à 0,001 g près, 1,00 g d'échantillon d'essai et transférer dans un bécher en plastique (5.1) propre. Ajouter 20 ml d'une solution contenant 1 partie d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et 3 parties d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Chauffer suffisamment pour amorcer et maintenir la réaction jusqu'à dissolution complète. Si l'alliage résiste à la dissolution, ajouter de l'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) par incréments de 1 ml et continuer à chauffer pour dissoudre l'échantillon.

7.1.2 Filtration et traitement du filtrat

Diluer la solution à 50 ml avec de l'eau. Filtrer à travers un papier filtre de 11 cm à filtration moyenne et à faible teneur en cendre dans un bécher de 250 ml. Laver le filtre avec environ 50 ml d'eau chaude par portions de 10 ml. Traiter le filtrat de la manière indiquée en 7.1.3.1 ou 7.1.3.2, selon la teneur estimée en aluminium, et le filtre de la manière indiquée en 7.1.5.

7.1.3 Dilutions initiales

7.1.3.1 Dilution initiale pour les teneurs en aluminium comprises entre 0,2 % (*m/m*) et 0,25 % (*m/m*)

Évaporer le filtrat (7.1.2) à un volume d'environ 60 ml et refroidir à température ambiante. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 4 ml de solution de chlorure de potassium (4.3). Ajouter 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml), refroidir, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.3.2 Dilution initiale pour les teneurs en aluminium comprises entre 0,25 % (*m/m*) et 4,0 % (*m/m*)

Évaporer le filtrat (7.1.2) à un volume d'environ 60 ml et refroidir à température ambiante. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.4 Secondes dilutions

7.1.4.1 Seconde dilution pour des teneurs en aluminium comprises entre 0,25 % (m/m) et 1,0 % (m/m)

Verser, à la pipette, 20,0 ml de la solution 7.1.3.2 dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de potassium (4.3) et 8 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer à 80 ml avec de l'eau et ajouter 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Refroidir, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.4.2 Seconde dilution pour des teneurs en aluminium comprises entre 1,0 % (m/m) et 2,0 % (m/m)

Verser, à la pipette, 10,0 ml de la solution 7.1.3.2 dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de potassium (4.3) et 9 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer à 80 ml avec de l'eau et ajouter 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Refroidir, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.4.3 Seconde dilution pour des teneurs en aluminium comprises entre 2,0 % (m/m) et 4,0 % (m/m)

Verser, à la pipette, 5,0 ml de la solution 7.1.3.2 dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de potassium (4.3) et 9,5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer à 80 ml avec de l'eau et ajouter 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Refroidir, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

7.1.5 Traitement du filtre

7.1.5.1 Transférer le filtre 7.1.2 dans un creuset ou une capsule en platine. Sécher, laisser consumer et calciner pour oxyder le carbone. Refroidir, ajouter 0,25 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,83$ g/ml) dilué 1 + 1 et 1 ml d'acide fluorhydrique (4.1). Évaporer avec précaution jusqu'à sec et fondre le résidu avec 1 g de pyrosulfate de potassium (4.2). Laisser la masse fondue refroidir et la dissoudre dans un faible volume d'eau contenant environ 0,25 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Chauffer, si nécessaire, jusqu'à dissolution complète.

7.1.5.2 Transférer la solution de reprise dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml). Diluer avec plus d'eau et ajouter 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Laisser refroidir, diluer au trait de jauge et homogénéiser. Procéder de la manière indiquée en 7.4.1.

NOTE 1 Une toute petite quantité d'aluminium peut être présente dans le résidu de fusion, mais elle n'excède gé-

néralement pas 0,5 mg. La solution est analysée séparément et l'aluminium trouvé est ajouté au résultat principal.

7.2 Solution à blanc de réactif

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

7.3 Solutions d'étalonnage de l'aluminium

En utilisant une burette, transférer dans chacune des six fioles jaugées de 100 ml, 0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 15,0 ml; 20,0 ml et 25,0 ml de solution étalon d'aluminium (4.5), ajouter 4 ml de solution de chlorure de potassium (4.3) et 4 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Ajouter suffisamment d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) pour avoir une concentration de 10 % (V/V), refroidir, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Ces solutions d'étalonnage correspondent à 0 mg/l, 5 mg/l, 10 mg/l, 15 mg/l, 20 mg/l et 25 mg/l d'aluminium.

NOTE 2 Il est important que toutes les solutions d'étalonnage aient la même concentration en acide chlorhydrique. La solution zéro nécessite une addition de 10 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et la dernière (25 mg/l d'aluminium), qui contient déjà 2,5 ml d'acide chlorhydrique, nécessite une addition de 7,5 ml.

7.4 Étalonage et dosage

7.4.1 Mesurages d'absorption atomique

Procéder de la manière indiquée en 7.4.1 de l'ISO 7530-1:1990, à la longueur d'onde de 309,3 nm et avec une flamme monoxyde de diazote/acétylène.

7.4.2 Préparation des courbes d'étalonnage

Procéder de la manière indiquée en 7.4.2 de l'ISO 7530-1:1990.

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 7530-1:1990, en utilisant les mesurages d'absorption atomique de la solution d'essai (voir 7.1.3.1 ou 7.1.4) et de la fusion du résidu sur filtre (voir 7.1.5.2). Faire la somme des deux résultats en pourcentage pour l'aluminium.

8.2 Fidélité

8.2.1 Essais en laboratoire

Six laboratoires de quatre pays différents ont participé à des essais suivant ce mode opératoire sur six échantillons dont la composition nominale est 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 indiquée en 8.2.2 de l'ISO 7530-1:1990. Les résultats de cette analyse sont donnés au tableau 2.

8.2.2.2 Pour l'échantillon 3920, un laboratoire a vu ses résultats rejetés comme aberrants au test de Cochran. Pour l'échantillon 7013, deux laboratoires ont vu leurs résultats rejetés comme aberrants, l'un au test de Cochran, l'autre au test de Dixon. Néanmoins, le résultat rejeté par le test de Cochran peut être classé comme erreur statistique et n'aurait pas été rejeté dans le test le moins sévère de l'ISO 5725.

9 Rapport d'essai

Se reporter à l'article 9 de l'ISO 7530-1:1990.

Tableau 1 — Composition nominale des échantillons pour essais [% (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		Répétabilité	Reproductibilité
		intralaboratoire	interlaboratoire		
825	0,169	0,005 2	0,011 4	0,014 7	0,035 4
902	0,434	0,004 5	0,007 5	0,012 7	0,024 8
3920	0,146	0,001 6	0,003 9	0,004 7	0,012 1
3927	0,109	0,003 2	0,004 6	0,009 1	0,015 9
7013	1,51	0,012 0	0,004 6	0,034 1	0,036 5
7049	0,972	0,008 7	0,008 6	0,024 5	0,034 5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-7:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8fab3f4-b863-407b-bcd0-6c2af49ef6e7/iso-7530-7-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7530-7:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8fab3f4-b863-407b-bcd0-6c2af49ef6e7/iso-7530-7-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8fab3f4-b863-407b-bcd0-6c2af49ef6e7/iso-7530-7-1992>

CDU 669.245:543.422:546.62

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

Prix basé sur 4 pages
