

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
7530-8

Première édition  
1992-09-15

---

---

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

**Partie 8:**

**Dosage du silicium**

**(standards.iteh.ai)**

*Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —*

*Part 8: Determination of silicon content*

*ISO 7530-8:1992*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7530-8-1992>



Numéro de référence  
ISO 7530-8:1992(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 7530-8 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 8: Dosage du silicium

### 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 silicium 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 inter-laboratoires.*

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 et aspiration de la 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 de silicium et comparaison de celle-ci avec les solutions d'étalonnage à une longueur d'onde de 251,6 nm.

### 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. Dans le cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau et demander un avis médical.**

#### 4.2 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,15$ g/ml, dilué 1 + 9.

#### 4.3 Chlorure de lithium (LiCl), solution.

Transférer 25 g de chlorure de lithium dans un bécher de 250 ml et dissoudre dans 150 ml d'eau chaude. Refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

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

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de silicium en poudre d'une pureté minimale de 99,9 % (m/m) et transférer dans un bécher en polytétrafluoroéthylène de 250 ml. Ajouter 20 ml d'acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,41$  g/ml) et laver les parois du bécher avec de l'eau. Ajouter de l'acide fluorhydrique (4.1), goutte à goutte, pour amorcer et maintenir la réaction (environ 10 ml d'acide fluorhydrique sont nécessaires). Après dissolution de la masse de silicium, ajouter 10 ml supplémentaires d'acide fluorhydrique, couvrir le bécher et garder à une température inférieure à 50 °C jusqu'à dissolution complète. Transférer dans une fiole jaugée en plastique de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18$  g/ml), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

#### 4.5 Silicium, solution étalon (100 mg/l).

Transvaser, à l'aide d'une pipette en plastique, 50,0 ml de la solution étalon de référence de silicium (4.4) dans une fiole jaugée en plastique de 500 ml, ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique dilué (4.2) et 10 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.

## 5 Appareillage

**IMPORTANT — Des béchers et du matériel de laboratoire en plastique doivent être utilisés tout au long du mode opératoire.**

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

**5.1 Béchers en plastique**, de 250 ml de capacité, de préférence en polytétrafluoroéthylène.

**5.2 Burettes avec un corps en acrylique**, de 50 ml, graduées avec des divisions de 0,1 ml.

**5.3 Pipettes en polypropylène**, de 10 ml, 25 ml et 50 ml.

**5.4 Fioles jaugées**, en polypropylène ou en polyméthylpentane de 100 ml, 500 ml et 1 000 ml de capacité.

## 6 Prélèvement et préparation des échantillons

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

## 7 Mode opératoire

### 7.1 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 propre (5.1). 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 Préparation de la solution d'essai finale

Refroidir la solution et laver le couvercle et les parois du bécher avec un minimum d'eau. Ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique dilué (4.2) et laisser reposer pendant 1 h en agitant de temps en temps.

#### 7.1.3 Dilutions initiales

##### 7.1.3.1 Dilution initiale pour les teneurs en silicium comprises entre 0,2 % (m/m) et 0,5 % (m/m)

Transférer la solution d'essai (7.1.2) dans une fiole jaugée en plastique de 100 ml, ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18$  g/ml) et diluer à environ 80 ml avec de l'eau. Ajouter 3 ml de solution de chlorure de lithium (4.3), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

##### 7.1.3.2 Dilution initiale pour les teneurs en silicium comprises entre 0,5 % (m/m) et 1,0 % (m/m)

Transférer la solution d'essai (7.1.2) dans une fiole jaugée en plastique de 100 ml, diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

##### 7.1.4 Seconde dilution pour les teneurs en silicium comprises entre 0,5 % (m/m) et 1,0 % (m/m)

Prélever, à la pipette, 50,0 ml de la solution 7.1.3.2 et les introduire dans une fiole jaugée en plastique de 100 ml. Ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18$  g/ml) et 2,5 ml d'acide fluorhydrique dilué (4.2). Diluer à environ 80 ml avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter 3 ml de solution de chlorure de lithium (4.3), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser.

### 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 silicium

En utilisant une burette en plastique (5.2), transférer dans chacune des six fioles jaugées en plastique de 100 ml, 0 ml; 10,0 ml; 20,0 ml; 30,0 ml; 40,0 ml and 50,0 ml de solution étalon de silicium (4.5), ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,18$  g/ml) et 5 ml d'acide fluorhydrique dilué (4.2). Diluer à environ 80 ml avec de l'eau et homogénéiser. Ajouter 3 ml de solution de chlorure de lithium (4.3), diluer au trait de jauge avec de l'eau et homogénéiser. Ces solutions d'étalonnage correspondent à 0 mg/l; 10 mg/l; 20 mg/l; 30 mg/l; 40 mg/l et 25 mg/l de silicium.

### 7.4 Étalonnage et dosage

#### 7.4.1 Mesurages d'absorption atomique

Procéder de la manière indiquée en 7.4.1 de l'ISO 7530-1:1990, à la longueur d'onde de 251,6 nm et avec une flamme monoxyde de diazote/acétylène.

NOTE 1 Pour éliminer les effets de mémoire de la silice, le brûleur doit être préconditionné avant l'analyse en aspirant une solution diluée d'acide fluorhydrique [10 ml d'acide fluorhydrique dilué (4.2) et 90 ml d'eau]. Avec la flamme allumée, aspirer la solution d'acide dilué jusqu'à ce que le signal de base d'origine soit retrouvé c'est-à-dire que la silice déposée sur le brûleur soit volatilisée. Puis procéder à l'aspiration avec de l'eau distillée comme indiqué.

### 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.

### 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4bb530-fe5b-4d89-a06c-35b8b7c5b5bb/iso-7530-8-1992>

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

**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** Aucune valeur aberrante n'a été identifiée par l'analyse statistique.

**9 Rapport d'essai**

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

**Tableau 2 — Résultats de l'analyse statistique**

Référence de l'échantillon	Moyenne % (m/m)	Écart-type		Répétabilité	Reproductibilité
		intralaboratoire	interlaboratoire		
825	0,403	0,006 6	0,023 6	0,018 5	0,069 4
902	0,344	0,003 9	0,014 9	0,011 0	0,043 5
3920	0,614	0,016 6	0,017 5	0,047 0	0,068 2
3927	0,816	0,019 5	0,040 3	0,055 1	0,127
7013	0,721	0,017 4	0,021 3	0,049 1	0,077 8
7049	0,336	0,006 6	0,014 4	0,018 7	0,044 8

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

ISO 7530-8:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4bb530-fe5b-4d89-a06c-35b8b7c5b5bb/iso-7530-8-1992>

Page blanche

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

ISO 7530-8:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4bb530-f65b-4d89-a06c-35b8b7c5b5bb/iso-7530-8-1992>

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

ISO 7530-8:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db4bb530-fe5b-4d89-a06c-35b8b7c5b5bb/iso-7530-8-1992>

---

---

**CDU 669.245:543.422:546.28**

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

Prix basé sur 3 pages

---

---