

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 7530-9 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des alliages de nickel*.

ISO 7530-9:1993

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 1993

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 9: Dosage du vanadium

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 vanadium à des teneurs comprises entre 0,05 % (*m/m*) et 1 % (*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 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 vanadium et comparaison de celle-ci avec les solutions d'étalonnage à une longueur d'onde de 318,4 nm.

4 Réactifs

Outre les réactifs énumérés à l'article 4 de l'ISO 7530-1:1990, les réactifs spéciaux suivants sont nécessaires.

4.1 Méta vanadate d'ammonium (NH_4VO_3), comme solution alternative au métal pur de vanadium.

4.2 Chlorure de strontium, solution.

Transférer 113,5 g de chlorure de strontium hexahydraté ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans un bécher de 600 ml, dissoudre dans 400 ml d'eau chaude (50 °C à 60 °C), refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Le chlorure de strontium doit être exempt de métaux lourds.

4.3 Vanadium, solution étalon de référence (1,000 g/l).

4.3.1 Préparation à partir de vanadium métallique

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de vanadium métallique d'une pureté minimale de 99,9 % (m/m) et transférer dans un bécher de 400 ml. Ajouter 60 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 20 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et chauffer jusqu'à dissolution complète. Refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans une bouteille en polyéthylène.

4.3.2 Préparation à partir de métavanadate d'ammonium

Peser 2,296 g de métavanadate d'ammonium (4.1) et transférer dans un bécher de 600 ml. Ajouter environ 400 ml d'eau et chauffer pour dissoudre le sel. Transférer la solution chaude dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer avec 400 ml d'eau froide. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 10 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et refroidir à température ambiante. Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans une bouteille en polyéthylène.

4.4 Vanadium, solution étalon (250 mg/l).

Transvaser, à l'aide d'une pipette, 50 ml de la solution étalon de référence de vanadium (4.3) dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans une bouteille en polyéthylène.

5 Appareillage

L'appareillage requis est spécifié à l'article 5 de l'ISO 7530-1:1990.

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

Procéder de la manière indiquée de 7.1.1 à 7.1.4 de l'ISO 7530-1:1990, en utilisant 3 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 1 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml), plutôt que 5 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) pour dissoudre les sels.

7.1.1 Dilution initiale pour des teneurs en vanadium comprises entre 0,05 % (m/m) et 0,35 % (m/m)

Transférer la solution d'essai (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml de solution de chlorure de strontium (4.2), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Éliminer les produits d'hydrolyse par décantation et filtration à sec ou par centrifugation.

7.1.2 Dilution secondaire pour des teneurs en vanadium comprises entre 0,35 % (m/m) et 1,0 % (m/m)

Prélever à la pipette 20,0 ml de la solution 7.1.1 et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 4 ml de solution de chlorure de strontium (4.2), 3 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 1 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml). Compléter au volume 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 vanadium

En utilisant une burette, transférer dans chacune des cinq fioles jaugées de 100 ml, 0 ml, 4,0 ml, 8,0 ml, 12,0 ml et 16,0 ml de solution étalon de vanadium (4.4), ajouter 5 ml de solution de chlorure de strontium (4.2), 3 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml) et 1 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Les solutions d'étalonnage correspondent à 0 mg/l, 10 mg/l, 20 mg/l, 30 mg/l et 40 mg/l de vanadium.

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 318,4 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.

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 l'échantillon IN100. Neuf laboratoires de cinq pays ont ana-

lysé les échantillons NPK31 et 925. La composition nominale des échantillons 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 Un laboratoire a été rejeté comme aberrant au test de Cochran pour l'échantillon 925.

9 Rapport d'essai

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

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

Échantillon	Al	Co	Cr	Fe	Mo	Ni	Nb	Ti	V	Zr
IN100	5,5	15	10	< 0,5	3	Reste	—	5	1	0,05
NPK31	0,5	14	20	1	4,5	Reste	5	2	0,3	—
925	0,3	0,2	21	27	3	Reste	0,4	2	0,05	—

ISO 7530-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96af6e8-6e54-47ba-9441->

Tableau 2 — Résultats de l'analyse statistique

Référence de l'échantillon	Moyenne % (m/m)	Écart-type intra-laboratoire	Écart-type inter-laboratoire	Répétabilité	Reproductibilité
IN100	0,965	0,005 8	0,035 7	0,016 5	0,101 7
NPK31	0,286	0,008 7	0,026 2	0,024 7	0,076 1
925	0,042	0,001 2	0,005 9	0,003 4	0,017 0

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96afe6e8-6e54-47ba-9441-fee19a7f50de/iso-7530-9-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96afe6e8-6e54-47ba-9441-fee19a7f50de/iso-7530-9-1993>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-9:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96afe6e8-6e54-47ba-9441-fee19a7f50de/iso-7530-9-1993>

CDU 669.245:543.422:546.881

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

Prix basé sur 3 pages
