
Norme internationale



7627/5

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Métaux-durs — Analyse chimique par spectrométrie
d'absorption atomique dans la flamme —
Partie 5: Dosage du cobalt, du fer, du manganèse, du
molybdène, du nickel, du titane et du vanadium à des
teneurs comprises entre 0,5 et 2 % (m/m)**

Hardmetals — Chemical analysis by flame atomic absorption spectrometry — Part 5: Determination of cobalt, iron, manganese, molybdenum, nickel, titanium and vanadium in contents from 0,5 to 2 % (m/m)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807a445d-e816-4351-8152-7aae7002e454/iso-7627-5-1983>

Première édition — 1983-10-15

[7aae7002e454/iso-7627-5-1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807a445d-e816-4351-8152-7aae7002e454/iso-7627-5-1983)

CDU 669.018.25 : 643.422

Réf. n° : ISO 7627/5-1983 (F)

Descripteurs : métal-dur, analyse chimique, dosage, cobalt, fer, manganèse, molybdène, nickel, titane, vanadium, spectrométrie d'absorption atomique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 7627/5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, et a été soumise aux comités membres en août 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Suède
Allemagne, R.F.	Espagne	Suisse
Autriche	France	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	URSS
Bulgarie	Norvège	USA
Chine	Roumanie	
Corée, Rép. de	Royaume-Uni	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Métaux-durs — Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

Partie 5: Dosage du cobalt, du fer, du manganèse, du molybdène, du nickel, du titane et du vanadium à des teneurs comprises entre 0,5 et 2 % (m/m)

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7627 spécifie la méthode à utiliser pour le dosage par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme du cobalt, du fer, du manganèse, du molybdène, du nickel, du titane et du vanadium dans les métaux-durs, à des teneurs en chacun de ces éléments comprises entre 0,5 et 2 % (m/m).

Les prescriptions générales concernant le domaine d'application, le principe, les interférences, l'appareillage, l'échantillonnage et le procès-verbal d'essai figurent dans l'ISO 7627/1.

NOTE — La méthode de dosage de ces éléments à forte concentration par spectrométrie d'absorption atomique donne une dispersion des résultats plus forte que d'autres méthodes (voir ISO 3909, 4501, 4503 et 4883). Voir aussi 4.2.

2 Référence

ISO 7627/1, *Métaux-durs — Analyse chimique par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme — Partie 1: Caractéristiques générales.*

3 Réactifs

3.1 Acide fluorhydrique, ρ 1,12 g/ml.

3.2 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

3.3 Fluorure d'ammonium, solution à 0,1 g/ml.

3.4 Chlorure de césium, solution à 0,01 g/ml.

3.5 Solutions de réserve à haute pureté, pour étalonnage de chaque élément à doser, contenant 1,000 g par litre de l'élément en question.

NOTE — Cette valeur sous-entend une limite maximale de 1,000 5 g et une limite minimale de 0,999 5 g.

4 Mode opératoire

4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g d'échantillon. Introduire la prise d'essai dans un bécher en polytétrafluoréthylène ou tout autre matériau convenable de 100 ml. Couvrir le bécher.

4.2 Mise en solution de la prise d'essai

Ajouter 10 ml d'eau, 5 ml d'acide fluorhydrique (3.1), puis goutte à goutte, 5 ml d'acide nitrique (3.2) dans le bécher contenant la prise d'essai (4.1) et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Ajouter 10 ml de solution de chlorure de césium (3.4) et 10 ml de solution de fluorure d'ammonium (3.3). Transvaser alors la solution totalement dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml et compléter jusqu'au trait de jauge.

4.3 Volume de dilution

Préparer le volume de dilution servant pour l'analyse, conformément au tableau 1, de la manière suivante.

4.3.1 Volume de dilution 100 ml: utiliser la solution de 4.2.

4.3.2 La concentration de la solution peut être réduite dans un rapport de 10 pour les appareils à haute sensibilité par transvasement de 10 ml de solution de 4.2 dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml. Ajouter 10 ml de solution de chlorure de césium (3.4), puis 10 ml de solution de chlorure d'ammonium (3.3) et compléter jusqu'au trait de jauge.

4.4 Préparation des solutions d'étalonnage et d'essai à blanc

4.4.1 Préparer au moins six solutions de la manière indiquée en 4.2, de composition de matrice aussi voisine que possible de celle de la prise d'essai à analyser, mais sans compléter au volume. Puis, ajouter des volumes croissants de solutions de réserve convenablement diluées des éléments à doser selon les gammes de concentration à considérer. Compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

Tableau 1 — Paramètres de l'appareil et caractéristiques des fonctions d'étalonnage

Élément	Volume de dilution (V) pour 1 g de prise d'essai ¹⁾ ml	Oxydant	Longueur d'onde nm	Sensibilité inverse pour 1 % d'absorption ¹⁾ µg/ml	Domaine linéaire ¹⁾	Notes
Co	100	N ₂ O	352,7	20	0,1 à 15	
Fe	1 000	N ₂ O	248,3	0,3	0,03 à 2,0	
Mn	1 000	N ₂ O	279,8	0,1	0,01 à 2,0	1
Mo	100	N ₂ O	313,3	6	0,06 à 10,0	2
Ni	1 000	N ₂ O	232,0	0,3	0,05 à 5,0	3 et 4
Ti	100	N ₂ O	364,3	30	0,2 à 10	2
V	1 000	N ₂ O	318,4	1,0	0,1 à 5,0	1

1) À titre d'information seulement.

NOTES

- Utiliser le triplet.
- Utiliser une flamme riche en combustible. Régler la tête du brûleur perpendiculairement au faisceau lumineux ou diluer la solution en conséquence.
- La sensibilité est fortement fonction de la composition de la matrice.
- Il est obligatoire d'utiliser un spectromètre à étroite bande passante et une lampe monoélément.

4.4.2 Préparer également, si besoin est, des solutions d'étalonnage à matrice diluée de la manière indiquée en 4.3 pour des volumes de dilution de 1 000 ml.

4.4.3 Préparer une ou plusieurs solutions d'essai à blanc (voir 4.4.1) sans ajouter l'élément particulier à doser.

4.5 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ: Respecter les instructions du constructeur pour l'allumage et l'extinction de la flamme.

Parfaire la réponse de l'appareil à la longueur d'onde correspondant à l'élément à doser. Voir tableau 1.

Préchauffer le brûleur pendant environ 5 min. Régler l'arrivée du combustible, puis affiner le réglage du brûleur de manière à obtenir une absorption maximale à l'aspiration d'une solution d'étalonnage. Vérifier qu'il n'y a pas de dérive de la valeur d'absorbance. Aspirer de l'eau et prendre comme zéro d'absorbance la valeur correspondant à l'eau.

4.6 Mesures d'absorbance atomique

4.6.1 Aspirer d'abord la solution d'essai à blanc puis, successivement, les solutions d'étalonnage et d'essai, et relever les valeurs correspondantes. Aspirer de l'eau entre chaque solution. Faire au moins deux relevés par solution. Les particules solides s'accumulant à la fente du brûleur doivent être enlevées, sinon elles provoquent une diminution de sensibilité.

4.6.2 Établir une courbe d'étalonnage par relevé des valeurs d'absorbance des solutions d'étalonnage corrigées, en tenant compte de l'essai à blanc, en fonction de la concentration de l'élément exprimée en milligrammes par litre.

4.6.3 Convertir les valeurs d'absorbance des solutions d'essai corrigées en tenant compte de l'essai à blanc en milligrammes d'élément dosé par litre au moyen de la courbe d'étalonnage.

5 Expression des résultats

5.1 Calcul

La teneur en l'élément considéré, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$10^4 \times \frac{c \times V}{m}$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807a445d-e816-4351-8152-2e454/iso-7627-5-1983>

c est la concentration, en milligrammes par litre, de l'élément dans la solution d'essai;

V est le volume de dilution, en millilitres;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

5.2 Tolérances admissibles

L'écart entre trois dosages indépendants ne doit pas dépasser 0,1 fois la teneur en pourcents de l'élément (valeur absolue).

5.3 Résultat final

Indiquer la moyenne arithmétique des dosages acceptables arrondie à la valeur la plus proche indiquée au tableau 2.

Tableau 2 — Arrondissement des résultats

Teneur % (m/m)	Arrondissement à la valeur la plus proche % (m/m)
de 0,5 à 1	0,02
plus de 1 à 2	0,05

Si la teneur en l'élément considéré est inférieure à 0,5 % (m/m), utiliser la partie correspondante de la présente Norme internationale. Si la teneur en élément est supérieure à 2 % (m/m), indiquer simplement: supérieure à 2 % (m/m).