
Norme internationale



7627/6

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 6 : Dosage du chrome à des teneurs comprises
entre 0,01 et 2 % (m/m)**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Hardmetals — Chemical analysis by flame atomic absorption spectrometry — Part 6 : Determination of chromium in contents
from 0,01 to 2 % (m/m)*

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1985-04-01

[ISO 7627-6:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5388167b-6c8c-4b5e-87bc-59a634400920/iso-7627-6-1985>

CDU 669.018.25 : 543.422 : 546.76

Réf. n° : ISO 7627/6-1985 (F)

Descripteurs : métallurgie des poudres, métal dur, analyse chimique, dosage, chrome, méthode 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7627/6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

[ISO 7627-6:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5388167b-6c8c-4b5e-87bc-59a634400920/iso-7627-6-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5388167b-6c8c-4b5e-87bc-59a634400920/iso-7627-6-1985>

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

Partie 6 : Dosage du chrome à des teneurs comprises entre 0,01 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 chrome dans les métaux-durs, à des teneurs comprises entre 0,001 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.

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 Pyrosulfate de potassium.

3.2 Acide perchlorique, ρ 1,54 ou 1,67 g/ml.

3.3 Citrate d'ammonium, solution.

Mettre en solution 100 g d'acide citrique dans 1 500 ml d'eau et ajouter 400 ml de solution d'ammoniaque (ρ 0,91 g/ml).

3.4 Peroxyde d'hydrogène, à 30 % (m/m).

3.5 Solution de réserve à haute pureté, pour étalonnage de l'élément à doser, contenant 1,000 g de chrome par litre.

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, la quantité d'échantillon pour essai indiquée au tableau 1. Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 100 ml (de préférence en quartz).

NOTE — Dans ce cas spécial, l'échantillon doit passer au travers d'un tamis de 0,18 mm.

4.2 Mise en solution de la prise d'essai

Ajouter 5 g de pyrosulfate de potassium (3.1) puis quelques gouttes d'acide perchlorique (3.2) dans le bécher contenant la prise d'essai (4.1) et chauffer doucement jusqu'à mise en solution complète de cette dernière. Ajouter 40 ml de solution de citrate d'ammonium (3.3) et environ 0,5 ml de peroxyde d'hydrogène (3.4). Transvaser alors la solution totalement dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml et compléter jusqu'au trait de jauge.

Tableau 1 — Prise d'essai, paramètres de l'appareil et caractéristiques des fonctions d'étalonnage

Teneur %	Prise d'essai g	Volume de dilution (V) pour la prise d'essai ¹⁾ ml	Oxydant	Longueur d'onde nm	Sensibilité inverse pour 1% d'absorption ¹⁾ µg/ml	Domaine linéaire ¹⁾ %
0,01 à 0,1	0,500	100	N ₂ O	357,9	0,11	0 à 0,12
0,1 à 0,5	0,500	500	N ₂ O	357,9	0,11	0,1 à 0,5
0,1 à 0,5	0,100	100	N ₂ O	357,9	0,11	0,1 à 0,5
0,5 à 2	0,100	500	N ₂ O	357,9	0,11	0,4 à 2

1) À titre d'information seulement.

4.3 Volumes 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 Volume de dilution 500 ml : transvaser 20 ml de la solution de 4.2 dans une fiole jaugée en polypropylène de 100 ml 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 solution de réserve de chrome (3.5) convenablement diluée selon la gamme de concentration à considérer. Compléter le volume à 100 ml et homogénéiser.

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 500 ml.

4.4.3 Préparer une solution d'essai à blanc (voir 4.4.1) sans ajouter de chrome.

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 donnée (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. Si une accumulation de particules solides se produit à la fente du brûleur, elles provoquent une diminution de sensibilité et doivent être enlevées.

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 chrome 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 de chrome par litre au moyen de la courbe d'étalonnage.

5 Expression des résultats

5.1 Calcul

La teneur en chrome, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

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

où

c est la concentration, en milligrammes par litre, de chrome 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 les valeurs indiquées au tableau 2.

Tableau 2 — Tolérances admissibles

Teneur % (m/m)	Fourchette % (m/m)
de 0,01 à 0,20	0,012
plus de 0,20 à 2	0,06 × (teneur)

5.3 Résultat final

Indiquer la moyenne arithmétique des dosages acceptables arrondie à la valeur la plus proche indiquée au tableau 3.

Tableau 3 — Arrondissement des résultats

Teneur % (m/m)	Arrondissement à la valeur la plus proche % (m/m)
de 0,01 à 0,20	0,01
plus de 0,20 à 2	0,05

Si la teneur en chrome est inférieure à 0,01 % (m/m), indiquer simplement moins de 0,01 % (m/m).