

NORME INTERNATIONALE

ISO
10697-1

Première édition
1992-02-15

Aciers — Dosage du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

Partie 1:

Dosage du calcium soluble dans l'acide

*Steel — Determination of calcium content by flame atomic absorption
spectrometry —*

Part 1: Determination of acid-soluble calcium content

ISO 10697-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/aaf74a2a-b6f6-4eda-bc47-7df85c29eba5/iso-10697-1-1992>



Numéro de référence
ISO 10697-1:1992(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 10697-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

L'ISO 10697 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Aciers — Dosage du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*:

- *Partie 1: Dosage du calcium soluble dans l'acide*
- *Partie 2: Dosage du calcium total*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 10697. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© 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

Aciers — Dosage du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

Partie 1:

Dosage du calcium soluble dans l'acide

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10697 prescrit une méthode de dosage par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme du calcium soluble dans l'acide dans les aciers.

La méthode est applicable aux teneurs en calcium soluble dans l'acide comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,003 % (m/m).

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 10697. 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 10697 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 377-2:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

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.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 10697, la définition suivante s'applique.

3.1 Calcium soluble dans l'acide: Calcium mis en solution dans l'acide prescrit en 8.3.1.

4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique.

Addition d'une solution de chlorure de potassium et de nitrate de lanthane comme tampon spectrochimique.

Nébulisation de la solution dans une flamme monoxyde de diazote et d'acétylène.

Mesure spectrométrique de l'absorption à la longueur d'onde de 422,7 nm de la raie spectrale émise par la lampe à cathode creuse au calcium.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ayant une concentration en calcium très

faible et de l'eau de qualité 2 présentée dans l'ISO 3696.

5.1 Fer pur, à teneur en calcium inférieure à 0,000 1 % (*m/m*).

5.2 Solvant convenable, par exemple, acétone ou dichlorométhane.

5.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

5.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 2.

5.5 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ.

5.6 Chlorure de potassium/nitrate de lanthane, solution.

Dissoudre 95,34 g de chlorure de potassium (KCl) et 62,35 g de nitrate de lanthane hexahydraté $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ dans de l'eau, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et mélanger.

5.7 Calcium, solutions étalons.

5.7.1 Solution mère, correspondant à 100 mg de Ca par litre.

Sécher plusieurs grammes de carbonate de calcium [pureté $\geq 99,5$ % (*m/m*)] dans un four à air à 100 °C pendant au moins 1 h et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Peser 0,249 7 g de produit sec dans un bécher de 400 ml, couvrir avec un verre de montre et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.3) pour dissoudre. Refroidir et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 100 µg de Ca.

5.7.2 Solution étalon, correspondant à 10 mg de Ca par litre.

Prélever 10,0 ml de la solution mère (5.7.1), les introduire dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 10). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 10 µg de Ca.

6 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou à l'ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Filtre à texture moyenne, en acétate de cellulose de 0,22 µm de porosité et 47 mm de diamètre.

6.2 Appareillage de filtration, c'est-à-dire une fiole vide et propre, placée entre l'appareil d'aspiration et la fiole de filtration pour prévenir tout retour d'aspiration et toute contamination.

6.3 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'une lampe à cathode creuse au calcium et alimenté en monoxyde de diazote et acétylène suffisamment pur pour obtenir une flamme en plume rouge, stable et claire, exempte d'eau et d'huile et exempte de calcium.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé conviendra si, après optimisation conformément à 8.3.5, la limite de détection et la concentration caractéristique coïncident raisonnablement avec les valeurs indiquées par le fabricant, et s'il répond aux critères de fidélité donnés de 6.3.1 à 6.3.3.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences techniques complémentaires données en 6.3.4.

6.3.1 Fidélité minimale (voir A.1)

Calculer l'écart-type de 10 mesures de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée. L'écart-type ne doit pas dépasser 1,5 % de l'absorbance moyenne.

Calculer l'écart-type de 10 mesures de l'absorbance de la solution d'étalonnage la moins concentrée (excepté la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro). L'écart-type ne doit pas dépasser 0,5 % de l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage la plus concentrée.

6.3.2 Limite de détection (voir A.2)

Elle est définie comme le double de l'écart-type de 10 mesures de l'absorbance de la solution contenant l'élément approprié au niveau de concentration choisi afin de donner une absorbance juste au-dessus du terme zéro.

La limite de détection du calcium dans la matrice similaire à la solution de la prise d'essai finale doit être meilleure que 0,02 µg de Ca par millilitre.

6.3.3 Linéarité de la courbe (voir A.3)

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentration (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs du domaine de concentration (exprimée en variation d'absorbance),

la détermination étant effectuée de la même manière.

Pour les instruments à étalonnage automatique employant deux ou plusieurs étalons, il faut que les exigences susmentionnées pour la linéarité de la courbe soient remplies avant une analyse à l'aide d'une lecture d'absorbance.

6.3.4 Concentration caractéristique (voir A.4)

La concentration caractéristique pour le calcium dans la matrice similaire à la solution de prise d'essai finale doit être meilleure que 0,05 µg de Ca par millilitre.

6.4 Appareil auxiliaire

Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, pour mesurer les critères présentés en 6.3 et pour toutes les autres mesures.

L'expansion d'échelle peut être utilisée jusqu'à ce que le bruit observé soit plus grand que l'erreur de la lecture et elle est recommandée dans tous les cas pour une absorbance inférieure à 0,1. Si l'expansion d'échelle doit être utilisée et que l'instrument ne peut pas donner la lecture de la valeur du coefficient de l'expansion d'échelle, la valeur peut être calculée par le mesurage de l'absorbance d'une solution appropriée avec ou sans expansion d'échelle et par la division simple du signal observé.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux prescriptions de l'ISO 377-2 ou des normes nationales appropriées pour l'acier.

8 Mode opératoire

Toute la verrerie doit d'abord être lavée à l'acide chlorhydrique (5.3) puis à l'eau. La quantité de calcium présente dans la verrerie peut être vérifiée en mesurant l'absorption de l'eau introduite après lavage à l'acide.

Pour chaque série de blanc, d'étalonnage et d'échantillons, tous les réactifs, y compris l'eau, doivent provenir du même lot.

8.1 Prise d'essai

Laver l'échantillon au solvant convenable (5.2) et sécher.

Peser, à 0,001 g près, 2,0 g environ d'échantillon pour essai.

8.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs utilisés pour la prise d'essai.

8.3 Dosage

8.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.3), recouvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à cessation de réaction. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (5.5). Faire frémir la solution pendant 5 min afin d'éliminer les oxydes d'azote.

8.3.2 Filtration de la solution d'essai

Après avoir mis un filtre (6.1) dans l'appareillage de filtration (6.2) et une fiole, laver plusieurs fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (5.4) et après avec de l'eau chaude. Rejeter les produits de lavage de la fiole avant la filtration.

Filtrer la solution chaude (en dessous de 75 °C environ) à travers le filtre (6.1) en utilisant l'appareillage de filtration (6.2), en recueillant le filtrat dans une fiole propre. Rincer le bécher avec un peu d'eau. Retirer les particules adhérentes avec un agitateur muni d'un embout en caoutchouc et transférer à travers le filtre au moyen de petits rinçages. Laver le bécher et filtrer plusieurs fois avec un peu d'eau.

Refroidir et transvaser le filtrat à température ambiante dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml. Ajouter 10,0 ml de solution de chlorure de potassium/nitrate de lanthane (5.6). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.3 Préparation des solutions d'étalonnage

Introduire 2,00 g ± 0,01 g de fer pur (5.1) dans une série de sept béchers de 250 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.3) dans chaque bécher, recouvrir les béchers d'un verre de montre et chauffer jusqu'à cessation de réaction. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (5.5). Faire frémir pendant 5 min afin d'éliminer les oxydes d'azote.

À l'aide d'une burette, ajouter les volumes de la solution étalon de calcium (5.7.2) indiqués dans le tableau 1.

Procéder de la manière présentée en 8.3.2.

8.3.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Voir tableau 2.

Tableau 1

Volume de la solution étalon de calcium (5.7.2) ml	Concentration correspondante de calcium dans la solution d'essai finale µg/ml	Teneur correspondante de calcium soluble dans l'acide pour l'échantillon pour essai % (m/m)
0 ¹⁾	0	0
1,0	0,1	0,000 5
2,0	0,2	0,001 0
4,0	0,4	0,002 0
6,0	0,6	0,003 0
8,0	0,8	0,004 0
10,0	1,0	0,005 0
1) Terme zéro		

Tableau 2

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Cathode creuse au calcium
Longueur d'onde	422,7 nm
Flamme	Flamme en plume rouge de monoxyde de diazote et acétylène La hauteur de la flamme en plume rouge doit être comprise entre 10 mm et 20 mm, après réglage pour une réponse maximale de calcium
Courant d'alimentation de la lampe	Suivre les recommandations du fabricant
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant. S'il n'y a aucune indication, il est recommandé que la largeur de la bande présentée soit comprise entre 0,3 nm et 1,0 nm
Correction des données de base	Si la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro donne une absorbance comparable à la fidélité de la solution d'étalonnage la moins concentrée, la correction des données de base peut être exigée
AVERTISSEMENT — Les recommandations du fabricant doivent scrupuleusement être suivies et une attention particulière doit être portée aux points de sécurité suivants: a) la nature explosive de l'acétylène et le réglage concernant son utilisation; b) le besoin de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes teintées; c) le besoin de maintenir la tête du brûleur propre et exempte de dépôts; un brûleur encrassé peut produire des retours de flamme; d) le besoin de s'assurer que le siphon est rempli d'eau; e) nébuliser toujours de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.	