
**Alliages de nickel — Dosage des
éléments-traces — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique à
excitation électrothermique —
(Partie 1:
Caractéristiques générales et mise en solution
de l'échantillon**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/11437-1-1994>

*Nickel alloys — Determination of trace-element content by electrothermal
atomic absorption spectrometric method —*

Part 1: General requirements and sample dissolution



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 11437-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des alliages de nickel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl6301f5-6e37-4cb1-be1a-494>

L'ISO 11437 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Alliages de nickel — Dosage des éléments-traces — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique*:

- *Partie 1: Caractéristiques générales et mise en solution de l'échantillon*
- *Partie 2: Dosage du plomb*
- *Partie 3: Dosage du bismuth*
- *Partie 4: Dosage de l'argent*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 11437. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Introduction

La présente partie de l'ISO 11437 est utilisable en introduction aux autres parties qui spécifient des méthodes de dosage par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique des divers éléments-traces dans les alliages de nickel.

Bien que les méthodes d'analyse soient l'objet de normes internationales indépendantes, il est possible de doser plusieurs éléments sur la même solution d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11437-1:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl6301f5-6e37-4cb1-be1a-6840b89fa0d7/iso-11437-1-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl6301f5-6e37-4cb1-be1a-6840b89fa0d7/iso-11437-1-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11437-1:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f16301f5-6e37-4cb1-be1a-6840b89fa0d7/iso-11437-1-1994>

Alliages de nickel — Dosage des éléments-traces — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique —

Partie 1:

Caractéristiques générales et mise en solution de
l'échantillon

1 Domaine d'application

1.1 L'ISO 11437 prescrit des méthodes de dosage par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique des éléments-traces dans les alliages de nickel dans les domaines de teneurs indiqués à l'article 1 des méthodes individuelles décrites dans les autres parties de l'ISO 11437. D'autres éléments peuvent être ajoutés dans des parties ultérieures de l'ISO 11437. Des compositions types de quelques alliages de nickel sont données à l'annexe B.

1.2 La présente partie de l'ISO 11437 prescrit les caractéristiques générales de l'analyse par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique, les conditions de préparation et de mise en solution de l'échantillon d'essai, la méthode de calcul et les modes opératoires utilisés pour évaluer la répétabilité et la reproductibilité des diverses méthodes spécifiées dans les autres parties de l'ISO 11437.

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 11437. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des ac-

cords fondés sur la présente partie de l'ISO 11437 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 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 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide nitrique dilué et d'acide fluorhydrique.

Dilution de la solution d'essai à un volume connu et transfert d'une partie aliquote connue dans une fiole plastique.

Addition d'un modificateur de matrice et/ou d'un diluant, si nécessaire, et injection d'un faible volume de solution d'essai dans un atomiseur électrothermique.

Mesurage de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance du spectre de l'élément à doser et comparaison avec celle des solutions d'étalonnage contenant le même élément.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.1 Métaux de haute pureté, 99,9 % (*m/m*) au minimum, suivant les spécifications de la partie correspondante de l'ISO 11437.

4.2 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,41$ g/ml, dilué 1 + 1.

4.3 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,13$ g/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est extrêmement irritant et corrosif pour la peau et les membranes muqueuses, produisant de sévères brûlures qui sont lentes à cicatriser. Dans le cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau et consulter un médecin.

4.4 Mélange d'acides d'attaque.

À 150 ml d'eau, ajouter avec précaution, 150 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml) et 150 ml d'acide fluorhydrique (4.3).

Homogénéiser et conserver dans un flacon en plastique.

4.5 Modificateur de matrice.

À préparer séparément pour chaque métal comme spécifié dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

4.6 Solutions étalons de référence, 100 mg/l de métal.

À préparer séparément pour chaque élément selon les indications de la partie correspondante de l'ISO 11437.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique.

5.1.1 Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode doit être équipé d'un atomiseur

électrothermique et doit répondre aux critères de performances données dans l'annexe A.

5.1.2 Le spectromètre d'absorption atomique doit être muni d'un dispositif de correction de bruit de fond et d'un système rapide d'enregistrement capable de mesurer des hauteurs de pic et des surfaces de pic. L'atomiseur électrothermique doit être équipé d'un tube en graphite pyrolytique avec plate-forme de L'vov ou d'un tube normal en graphite comme spécifié dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

5.1.3 Le spectromètre d'absorption atomique doit pouvoir utiliser les lampes à cathode creuse à un seul élément ou des lampes à décharge sans électrodes aux intensités de courant recommandées par le constructeur.

5.2 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE), de capacité 100 ml.

5.3 Fioles en plastique, de capacité 5 ml.

5.4 Fioles jaugées en plastique, de capacité 50 ml et 100 ml.

5.5 Fioles jaugées en verre, de capacité 100 ml, 500 ml et 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042, classe A.

5.6 Burettes, de capacité 10 ml (graduées en divisions de 0,02 ml) et 25 ml (graduées en divisions de 0,1 ml) conformes à l'ISO 385-1, classe A.

5.7 Pipettes, conformes à l'ISO 648, classe A.

5.8 Micropipettes, de capacité 10 μ l à 100 μ l.

5.9 Pipette réglable, de capacité 2,0 μ l à 10,0 μ l, équipée d'embouts plastiques interchangeables.

6 Prélèvements et préparation des échantillons

6.1 Le prélèvement et la préparation de l'échantillon pour laboratoire doivent être effectués conformément à la norme internationale correspondante.

6.2 L'échantillon pour laboratoire est normalement sous forme de copeaux obtenus par tournage, fraisage ou perçage, sans autre préparation mécanique subsidiaire.

6.3 L'échantillon pour laboratoire doit être nettoyé par lavage à l'acétone pur et séché à l'air.

6.4 Si des outils en alliage brasé sont utilisés pour la préparation de l'échantillon pour laboratoire, celui-ci doit être nettoyé en le trempant dans l'acide nitrique dilué pendant quelques minutes. L'échantillon doit être ensuite lavé plusieurs fois à l'eau, puis plusieurs fois avec de l'acétone et séché à l'air.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution d'essai — Méthode générale

7.1.1 Peser, à 0,001 g près, 0,500 g d'échantillon pour laboratoire et transférer cette prise d'essai dans un bécher en PTFE (5.2) de 100 ml. Ajouter 20 ml de mélange d'acides d'attaque (4.4). Chauffer suffisamment pour démarrer et maintenir la réaction jusqu'à dissolution complète de l'échantillon.

7.1.2 Laisser refroidir la solution et procéder comme décrit dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

NOTE 1 Certains alliages peuvent être difficilement solubles dans le mélange acide nitrique-acide fluorhydrique. Dans ce cas, les proportions du mélange d'attaque peuvent être réajustées, mais il est nécessaire de préparer un essai à blanc correspondant aux nouvelles conditions.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement au dosage, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs.

7.3 Préparation des solutions d'étalonnage

Procéder comme décrit dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

7.4 Étalonage et dosage

7.4.1 Mesurages par absorption atomique

7.4.1.1 Les raies spectrales pour chaque élément, le type de tube en graphite et le mode de mesurage (hauteur de pic ou intégration de surface de pic) à utiliser pour l'analyse sont spécifiés dans la partie correspondante de l'ISO 11437. Pour la mise en condition des tubes en graphite neufs, suivre les instructions du fabricant.

7.4.1.2 Optimiser le programme de température du four conformément aux instructions données dans l'annexe A.

7.4.1.3 Selon la sensibilité de l'élément à doser, le volume à injecter dans le four doit être compris entre 10 μl et 50 μl .

7.4.1.4 En commençant par les solutions d'étalonnage, atomiser le volume présélectionné (10 μl à 50 μl). Relever trois mesurages de l'absorbance pour chaque solution d'étalonnage.

7.4.1.5 Atomiser le volume présélectionné (10 μl à 50 μl) de la solution d'essai à blanc. Effectuer trois mesurages de l'absorbance.

7.4.1.6 Vérifier la pente de l'étalonnage en atomisant le volume présélectionné (10 μl à 50 μl) du terme zéro et de la solution d'étalonnage la plus haute. Effectuer trois mesurages pour chaque solution.

7.4.1.7 Atomiser le volume présélectionné (10 μl à 50 μl) de deux solutions d'essai. Effectuer trois mesurages de l'absorbance pour chacune.

7.4.1.8 Répéter les instructions décrites en 7.4.1.6 et 7.4.1.7 jusqu'à ce que toutes les solutions d'essai soient mesurées.

7.4.1.9 Calculer les moyennes des trois mesurages d'absorbance obtenues de 7.4.1.4 à 7.4.1.8.

7.4.2 Tracé des courbes d'étalonnage

7.4.2.1 Soustraire la valeur de l'absorbance moyenne obtenue pour le terme 0 $\mu\text{g/l}$ des valeurs des absorbances moyennes obtenues sur les autres solutions d'étalonnage.

7.4.2.2 Tracer la courbe représentant les valeurs de la moyenne d'absorbance des solutions d'étalonnage (7.4.2.1) en fonction de leur teneur en analyte (en microgrammes par litre).

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

8.1.1 Déterminer la teneur en élément à doser de l'essai à blanc en reportant sur la courbe d'étalonnage (7.4.2.2) l'absorbance moyenne obtenue pour la solution d'essai à blanc (7.4.1.5).

8.1.2 Si les valeurs obtenues en 7.4.1.6 pour le contrôle de l'étalonnage font apparaître que la courbe d'étalonnage a dérivé d'une manière significative, réajuster la courbe d'étalonnage en conséquence.

8.1.3 Déterminer la teneur en élément à doser de deux des solutions d'essai à partir des valeurs d'absorbance moyenne obtenues en 7.4.1.7.

8.1.4 Répéter les instructions données en 8.1.2 et 8.1.3 jusqu'à ce qu'on ait obtenu les teneurs en élément à doser de toutes les solutions d'essai restantes.

8.1.5 Soustraire la teneur en élément à doser de l'essai à blanc (8.1.1) des teneurs en élément à doser des solutions d'essai obtenues en 8.1.3 et 8.1.4.

8.1.6 Calculer la teneur en élément à doser, w , de l'échantillon, en grammes par tonne, en utilisant la formule

$$\frac{\rho \times F}{20 \times m}$$

où

ρ est la concentration de l'élément à doser, en microgrammes par litre, dans la solution d'essai, conformément à 8.1.5;

F est un facteur de dilution indiqué dans la partie correspondante de l'ISO 11437;

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

8.2 Fidélité

8.2.1 Essai en laboratoire

Les méthodes indiquées dans les parties suivantes de l'ISO 11437 ont été soumises à des essais interlaboratoires.

8.2.2 Analyse statistique

8.2.2.1 Les résultats du programme d'essais interlaboratoires ont été évalués suivant l'ISO 5725. Les données ont été testées par les tests de Cochran et Dixon selon l'ISO 5725 pour détecter les éventuelles valeurs statistiquement aberrantes.

8.2.2.2 Le principe du test de Cochran veut qu'une série de résultats soit aberrante si la variance d'un même laboratoire est trop grande par rapport à celle des autres laboratoires. Le test de Dixon sert à déterminer si la moyenne d'un laboratoire est trop éloignée de celles des autres laboratoires. Les deux tests sont effectués au niveau de confiance de 95 %.

8.2.2.3 La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées suivant les indications de l'ISO 5725 au niveau de confiance 95 %. Les résultats de l'analyse statistique ainsi que l'écart-type intralaboratoire et interlaboratoire sont donnés pour chaque élément dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f16301f5-6e37-4cb1-be1a-6840b89fa0d7/iso-11437-1-1994>
- a) la référence de la méthode utilisée;
 - b) les résultats de l'analyse;

c) le nombre d'essais en double indépendants;

d) les faits inhabituels notés durant l'analyse;

e) toutes les opérations ne figurant pas dans la présente partie de l'ISO 11437, ou considérées comme facultatives.

Annexe A (normative)

Optimisation et contrôle des critères de performance du spectromètre

A.1 Introduction

Pour obtenir les meilleurs résultats quand on utilise la technique du four en graphite, les paramètres instrumentaux, en particulier le programme de température du four, doivent être optimisés. De plus, il est essentiel que l'appareil réponde à certains critères de performances avant d'être utilisé pour la méthode spécifiée dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

A.2 Contrôles initiaux de l'instrument et réglage

A.2.1 Mettre l'appareil sous tension, établir la circulation d'eau de refroidissement, régler les débits de gaz et mettre en route le système d'extraction des fumées.

A.2.2 Ouvrir le four et contrôler le tube et les contacts. Remplacer les éléments en graphite s'ils sont détériorés ou si la contamination est évidente. Contrôler les fenêtres et les nettoyer si nécessaire.

Si un tube ou des contacts en graphite neufs sont mis en place, les conditionner en suivant le programme de température recommandé par le constructeur.

NOTE 2 En l'absence de consignes du fabricant le programme de conditionnement du four décrit dans le tableau A.1 peut être utilisé.

A.3 Source de radiation

À la fois les lampes à cathode creuse à un seul élément ou les lampes à décharge sans électrode conviennent. Elles doivent être mises en place et utilisées selon les indications données par le fabricant.

Tableau A.1 — Programme pour le conditionnement du tube en graphite

Étape	Température °C	Rampe s	Maintien s	Débit de gaz ml/min
1	1 500	60	20	300
2	20	1	10	300
3	2 000	60	20	300
4	20	1	10	300
5	2 600	60	10	300
6	20	1	10	300
7	2 650	2	5	0

Passé le temps de préchauffage prescrit par le fabricant, le signal de la source de radiations ne doit pas dévier de plus de 0,5 % de la valeur maximale (soit pas plus de 0,002 unité de densité optique) sur une période de 15 min. Des fluctuations significativement plus importantes sont habituellement l'indication d'une lampe défectueuse.

NOTE 3 L'utilisation de lampes multiélémentaires est en général déconseillée.

A.4 Caractéristiques du spectromètre

A.4.1 Longueur d'onde

Sélectionner la longueur d'onde spécifiée dans la partie correspondante de l'ISO 11437.

A.4.2 Largeur de la bande passante

Sélectionner la largeur de la bande passante recommandée par le fabricant. Quand deux réglages sont possibles, s'assurer qu'on sélectionne bien celui convenant à l'utilisation du four en graphite.