

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
11438-1

Première édition  
1993-12-01

---

---

**Ferro-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/sist/59b1e58c-7a4d-49b8-a835-fa3b7a5afe4f/iso-11438-1-1993>

*Ferronickel — Détermination of trace-element content by electrothermal  
atomic absorption spectrometric method —*

*Part 1: General requirements and sample dissolution*

NORME

ISO



Numéro de référence  
ISO 11438-1:1993(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 11438-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 3, *Analyse du nickel et du ferro-nickel*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b1e58c-7a4d-49b8-a835->

L'ISO 11438 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Ferro-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 de l'antimoine*
- *Partie 4: Dosage de l'étain*
- *Partie 5: Dosage du tellure*
- *Partie 6: Dosage du thallium*
- *Partie 7: Dosage de l'argent*
- *Partie 8: Dosage de l'indium*

© 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

## Introduction

La présente partie de l'ISO 11438 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 des ferro-nickels, suivant la méthode des ajouts dosés.

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 11438-1:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b1e58c-7a4d-49b8-a835-fa3b7a5afe4f/iso-11438-1-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b1e58c-7a4d-49b8-a835-fa3b7a5afe4f/iso-11438-1-1993>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 11438-1:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b1e58c-7a4d-49b8-a835-fa3b7a5afe4f/iso-11438-1-1993>

# Ferro-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 11438 prescrit une méthode de dosage par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique des éléments-traces des ferro-nickels, dans les domaines de teneurs indiqués à l'article 1 des parties 2 à 8. Pour chaque élément, le domaine des teneurs, en grammes par tonne (g/t), correspond à la zone de linéarité de la courbe des ajouts dosés pour laquelle il est possible d'utiliser la procédure.

**1.2** La présente partie de l'ISO 11438 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 11438.

#### 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 11438. 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 11438 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 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 interlaboratoires.*

ISO 8050:1988, *Ferro-nickel en lingots ou en morceaux — Échantillonnage pour analyse.*

#### 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans l'acide nitrique.

Dilution de la solution d'essai à un volume connu et injection d'une faible partie aliquote dans un atomeur électrothermique.

Atomisation et mesure de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance du spectre de l'élément à doser.

Étalonnage par la méthode des ajouts dosés:

— un premier dosage semi-quantitatif est effectué avec un seul ajout;

— un second dosage quantitatif est effectué avec deux ajouts, après dilution de la solution acide obtenue après dissolution, afin d'atteindre la zone optimale de sensibilité et linéarité.

NOTE 1 Pour ce dosage, il est indispensable d'utiliser un dispositif de correction d'absorption non spécifique. Le mode opératoire avec ajouts dosés a été choisi afin que la méthode puisse être appliquée à des échantillons de ferro-nickel présentant des rapports de teneurs en fer et nickel largement variables. Ceci évite de rechercher ou d'utiliser du fer très pur pour la reconstitution de matrice.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 comme spécifié dans l'ISO 3696.

**4.1 Métaux ou composés de haute pureté**, 99,9 % (*m/m*) au minimum, suivant les spécifications de la partie correspondante de l'ISO 11438.

**4.2 Acide nitrique** ( $\text{HNO}_3$ ),  $\rho_{20} = 1,41$  g/ml.

La même bouteille d'acide doit être utilisée pour la totalité de l'analyse.

**4.3 Acide nitrique** ( $\text{HNO}_3$ ),  $\rho_{20} = 1,41$  g/ml, dilué 1 + 1.

Mélanger soigneusement un volume connu d'acide nitrique (4.2) avec le même volume d'eau.

### 4.4 Solutions étalons.

À préparer séparément pour chaque méthode, selon les indications de la partie correspondante de l'ISO 11438.

**4.4.1 Solution étalon de référence**, 1 000 mg/l de l'élément à doser.

**4.4.2 Solution étalon**, 10,0 mg/l de l'élément à doser.

**4.4.3 Solution étalon de travail**, 1,0 mg/l de l'élément à doser.

## 5 Appareillage

Les flacons en verre et en plastique utilisés pour stocker les solutions étalons doivent être parfaitement nettoyés par trempage durant plusieurs heures dans l'acide nitrique dilué (4.3) et minutieusement rincés avec de l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et

## 5.1 Verrerie jaugée

**5.1.1 Fioles jaugées**, de capacités 25 ml, 100 ml et 1000 ml, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

**5.1.2 Pipettes**, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

**5.1.3 Micropipettes**, de capacités 10  $\mu\text{l}$  à 30  $\mu\text{l}$ .

## 5.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un atomiseur électrothermique.

**5.2.1** 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.

**5.2.2** L'atomiseur électrothermique doit être équipé de tube en graphite pyrolytique avec plate-forme de L'vov.

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

## 6 Prélèvements et préparation des échantillons

**6.1** Le prélèvement et la préparation de l'échantillon pour laboratoire doivent être effectués conformément aux spécifications de l'ISO 8050.

**6.2** L'échantillon pour laboratoire prend normalement la forme de copeaux de fraisage ou de perçage sans autre préparation mécanique subsidiaire.

**6.3** L'échantillon pour laboratoire doit être nettoyé par lavage à l'acétone très pur et séché à l'air pour éliminer tout risque de pollution par de l'huile ou de la graisse.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'essai

**7.1.1** Peser, à 0,001 g près, 5,000 g d'échantillon pour laboratoire et transférer cette prise d'essai dans un bécher de 250 ml. Ajouter 50 ml d'acide nitrique dilué (4.3). Couvrir avec un verre de montre et chauffer jusqu'à la fin de l'effervescence.

NOTE 2 En fonction de la composition du ferro-nickel, la dissolution de la prise d'essai peut ne pas être totale (carbone, silice, etc.).

**7.1.2** Chauffer à ébullition et maintenir l'ébullition pour expulser les vapeurs d'oxyde d'azote, puis laisser refroidir.

**7.1.3** Filtrer directement dans une fiole jaugée de 100 ml en prenant soin de rincer minutieusement le filtre. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser soigneusement.

**7.1.4** Procéder de la manière indiquée dans la partie correspondante de l'ISO 11438.

## 7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement au dosage, en suivant le mode opératoire décrit en 7.1, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, en omettant la prise d'essai.

NOTE 3 Deux essais à blanc seront réalisés parallèlement: cette précaution est prise dans l'éventualité où le premier blanc, utilisé pour tracer la courbe des ajouts dosés, serait pollué.

## 7.3 Dosage par la méthode des ajouts dosés

### 7.3.1 Mesurages d'absorption atomique

**7.3.1.1** Les raies spectrales à utiliser pour l'analyse de chaque élément sont spécifiées dans la partie correspondante de l'ISO 11438.

**7.3.1.2** Conditionner les nouveaux tubes en graphite suivant les instructions du fabricant.

**7.3.1.3** Vérifier la stabilité du zéro et l'absence de perturbation spectrale dans le dispositif d'atomisation en mettant en marche le programme de chauffage pré-réglé pour chauffer à blanc le tube en graphite.

**7.3.1.4** Établir le programme de température optimale du four selon les instructions du constructeur.

**7.3.1.5** Le volume injecté dans l'atomiseur doit être de 10  $\mu\text{l}$  à 30  $\mu\text{l}$ , en fonction de la sensibilité de l'élément à doser.

### 7.3.2 Estimation semi-quantitative de l'élément à doser

**7.3.2.1** Dans deux fioles jaugées de 25 ml, contenant chacune 10,0 ml de la solution d'essai (7.1), ajouter respectivement 0 ml et 0,5 ml de la solution étalon de travail (4.4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser soigneusement pour obtenir respectivement les solutions «zéro» et 1.

**7.3.2.2** Atomiser le volume choisi à l'avance (10  $\mu\text{l}$  à 30  $\mu\text{l}$ ) de chacune des deux solutions. Enregistrer les mesures d'absorbance  $A_0$  et  $A_1$ , obtenues respectivement pour les solutions «zéro» et 1.

**7.3.2.3** Calculer la concentration  $b$  de la solution «zéro» comme il est décrit en 8.1.1.

### 7.3.3 Dosage quantitatif de l'élément à doser

**7.3.3.1** Dans trois fioles jaugées de 25 ml, contenant chacune 10,0 ml de la solution d'essai (7.1), effectuer des ajouts de la solution étalon de travail (4.4.3) de façon à obtenir, après dilution jusqu'au trait de jauge avec de l'eau et homogénéisation minutieuse, des solutions finales dont les teneurs en éléments à doser soient égales respectivement à la concentration  $\rho_{Me}$  de la solution «zéro» (voir 7.3.2.1) dans la première fiole, à la concentration  $\rho_{Me} + b$  dans la deuxième fiole, et à la concentration  $\rho_{Me} + 2b$  dans la troisième fiole.

**7.3.3.2** Dans trois autres fioles jaugées de 25 ml, contenant chacune 10,0 ml de la solution de l'essai à blanc (7.2), effectuer les mêmes ajouts de la solution étalon de travail (4.4.3) que ceux trouvés en 7.3.3.1. Compléter au volume et homogénéiser soigneusement.

**7.3.3.3** Atomiser le volume choisi à l'avance (10  $\mu\text{l}$  à 30  $\mu\text{l}$ ) en commençant par les solutions résultant de l'essai à blanc (voir 7.3.3.2). Enregistrer trois mesures d'absorbance pour chacune des solutions.

**7.3.3.4** Atomiser le volume choisi à l'avance (10  $\mu\text{l}$  à 30  $\mu\text{l}$ ) pour les trois solutions obtenues en 7.3.3.1. Enregistrer trois mesures d'absorbance pour chacune des solutions.

**7.3.3.5** Calculer la moyenne des trois mesures d'absorbance obtenues en 7.3.3.3 et 7.3.3.4 pour chaque solution.

### 7.3.4 Tracé des courbes des ajouts dosés

**7.3.4.1** Pour les solutions décrites en 7.3.3.1 (liées à la solution d'essai), tracer la courbe de l'absorbance moyenne en fonction de la concentration. L'intersection avec l'axe des x correspond à la solution d'essai dont la teneur en élément à doser est inconnue.

Tracer le même type de courbe pour les solutions décrites en 7.3.3.2.

NOTE 4 Ce mode opératoire est applicable à la partie linéaire des courbes.

**7.3.4.2** Calculer la teneur  $\rho_{Me}$ , en microgrammes par litre, de l'élément à doser dans la solution d'essai suivant le calcul décrit en 8.1.2.

## 7.4 Nombre de déterminations

Effectuer le dosage au moins en double.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul

#### 8.1.1 Estimation semi-quantitative

En portant respectivement les absorbances  $A_0$  et  $A_1$  en fonction des concentrations des solutions «zéro» et 1, on obtient le graphique représenté à la figure 1.

Calculer  $b$ , estimation semi-quantitative de la teneur de l'élément à doser dans la solution «zéro», en microgrammes par litre, à l'aide de l'équation suivante:

$$\frac{A_1}{A_0} = \frac{b + 20}{b} \quad \dots (1)$$

d'où

$$b = \frac{20A_0}{A_1 - A_0} \quad \dots (2)$$

#### 8.1.2 Dosage quantitatif

Le tracé des courbes des ajouts dosés pour les solutions décrites en 7.3.4.1 est représenté à la figure 2.

Calculer la concentration  $\rho_{Me}$ , en microgrammes par litre, de l'élément à doser dans la première solution «zéro» décrite en 7.3.3.1, comme suit:

$$\rho_{Me} = \frac{2b(d - d')}{D}$$

#### 8.1.3 Calcul de la teneur en élément à doser

Calculer la teneur en élément à doser,  $w_{Me}$ , dans la prise d'essai, en grammes par tonne, en utilisant la formule

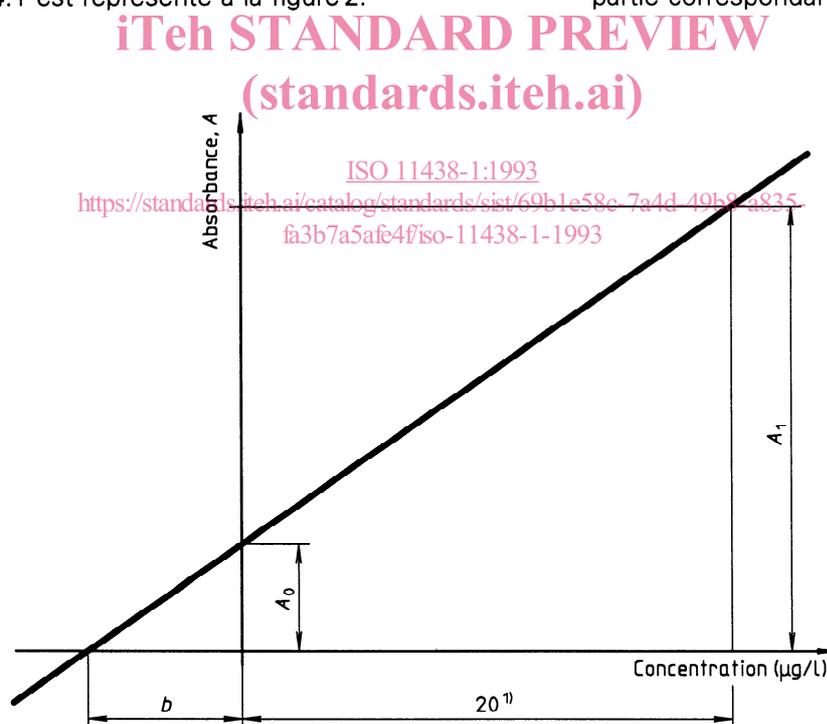
$$w_{Me} = \frac{F\rho_{Me}}{10m}$$

où

$\rho_{Me}$  est la concentration de l'élément à doser, en microgrammes par litre, dans la solution «zéro», conformément à 8.1.2;

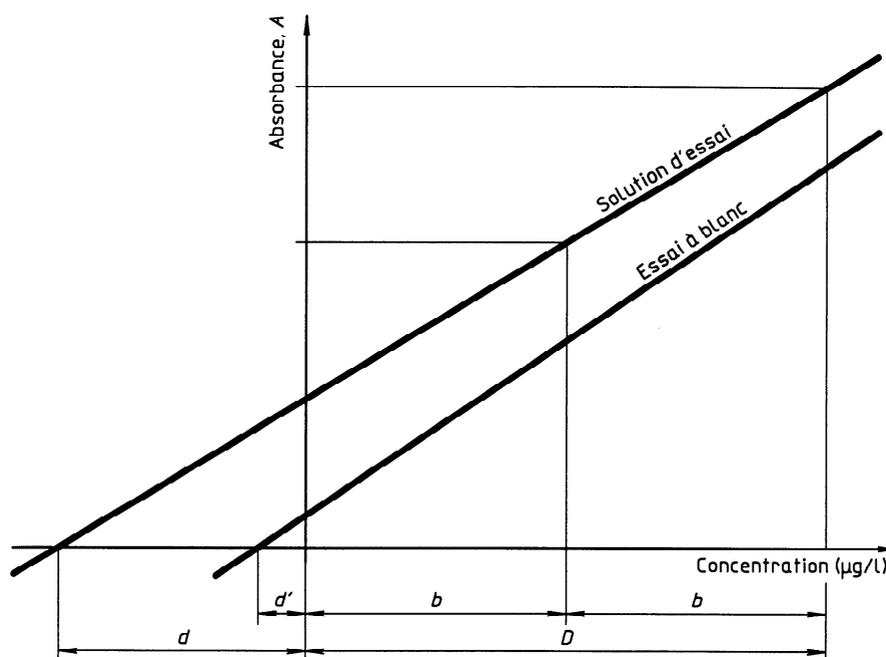
$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$F$  est un facteur de dilution fourni dans la partie correspondante de l'ISO 11438.



1) 20 µg/l est la valeur de l'ajout de l'élément à doser dans la solution 1 en liaison avec la solution "zéro".

**Figure 1 — Tracé semi-quantitatif de courbe des ajouts dosés**



- $d$  Distance entre l'origine et l'intersection de la courbe «solution d'essai» avec l'axe des  $x$
- $d'$  Distance entre l'origine et l'intersection de la courbe «essai à blanc» avec l'axe des  $x$
- $D$  Distance correspondant à la valeur, exprimée en microgrammes par litre, de l'ajout  $2b$ .

**Figure 2 — Tracé quantitatif des courbes des ajouts dosés**

ISO 11438-1:1993

## 8.2 Fidélité

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61020a11-9906-4a00-b901-fa3b7a5afe4f/iso-11438-1-1993> Interlaboratoire sont donnés pour chaque élément dans la partie correspondante de l'ISO 11438.

### 8.2.1 Essai en laboratoire

Les méthodes indiquées dans les parties suivantes de l'ISO 11438 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 de 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

## 9 Note sur le mode opératoire

Étant donné la haute sensibilité de l'absorption atomique électrothermique, des précautions strictes doivent être prises pour le nettoyage de la verrerie et pour éviter la contamination de la prise d'essai et des solutions d'étalon avec des matériels étrangers et de la poussière provenant de l'atmosphère du laboratoire.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats de l'analyse;
- le nombre d'essais en double indépendant;
- les faits inhabituels notés durant l'analyse;
- toutes les opérations ne figurant pas dans cette partie de l'ISO 11438, ou considérées comme facultatives.