

---

---

**Aciers et fontes — Dosage du cobalt —  
Méthode par spectrométrie d'absorption  
atomique dans la flamme**

*Steel and iron — Determination of cobalt content — Flame atomic  
absorption spectrometric method*

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

ISO 11652:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/146e7f35-3aab-4d08-86cc-45db14631a1d/iso-11652-1997>



## 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 11652 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

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

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

ISO 11652:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/146e7f35-3aab-4d08-86cc-45db14631a1d/iso-11652-1997>

© ISO 1997

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  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

# Aciers et fontes — Dosage du cobalt — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du cobalt dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en cobalt comprises entre 0,003 % (m/m) et 5,0 % (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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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:—<sup>1)</sup>, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

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

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*.

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*.

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*.

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique*.

<sup>1)</sup> À publier. (Révision de l'ISO 1042:1983)

### 3 Principe

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

Nébulisation de la solution dans une flamme air/acétylène.

Mesurage spectrométrique de l'absorption atomique de la raie spectrale 240,7 nm émise par une lampe à cathode creuse de cobalt.

### 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 conformément à l'ISO 3696.

**4.1 Fer pur**, contenant moins de 0,000 3 % (*m/m*) de cobalt.

**4.2 Nickel pur**, contenant moins de 0,000 3 % (*m/m*) de cobalt.

**4.3 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  environ 1,19 g/ml.

**4.4 Acide nitrique**,  $\rho$  environ 1,40 g/ml.

**4.5 Acide perchlorique**,  $\rho$  environ 1,67 g/ml.

**4.6 Cobalt**, solutions étalons.

**4.6.1 Solution étalon A**, correspondant à 1,0 g de cobalt par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,000 g de cobalt métal [de pureté supérieure à 99,9 % (*m/m*)]. Transférer dans un bécher de 250 ml, ajouter 15 ml d'eau et 15 ml d'acide nitrique (4.4). Couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à dissolution complète et faire bouillir pour éliminer les oxydes d'azote.

Laisser refroidir à température ambiante, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon A contient 1,0 mg de cobalt.

**4.6.2 Solution étalon B**, correspondant à 0,2 g de cobalt par litre.

Introduire 20,0 ml de la solution étalon A (4.6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon B contient 0,2 mg de cobalt.

**4.6.3 Solution étalon C**, correspondant à 0,08 g de cobalt par litre.

Introduire 8,0 ml de la solution étalon A (4.6.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon C juste avant utilisation.

1 ml de cette solution étalon C contient 0,08 mg de cobalt.

### 5 Appareillage

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

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'une lampe à cathode creuse de cobalt et alimenté en air et acétylène suffisamment purs pour donner une flamme claire et pauvre en combustible, exempte d'eau et d'huile et exempte de cobalt.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé sera jugé satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.3.4, la limite de détection et la concentration caractéristique sont en accord avec les valeurs indiquées par le constructeur et si les critères de fidélité donnés de 5.1.1 à 5.1.3 sont respectés.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences techniques complémentaires données en 5.1.4.

#### 5.1.1 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 de cette même solution.

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

#### 5.1.2 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 concerné au niveau de concentration choisi afin de donner une absorbance juste au-dessus du terme zéro.

La limite de détection du cobalt dans une matrice similaire à la solution d'essai finale doit être meilleure que 0,05 µg de cobalt par millilitre à une longueur d'onde de 240,7 nm.

#### 5.1.3 Linéarité de la courbe (voir A.3)

La valeur de la pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentrations (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 concentrations (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 doit être établi, à l'aide de lectures d'absorbances et avant analyse, que les exigences susmentionnées pour la linéarité de la courbe sont remplies.

#### 5.1.4 Concentration caractéristique (voir A.4)

La concentration caractéristique pour le cobalt dans une matrice similaire à la solution d'essai finale doit être meilleure que 0,3 µg de cobalt par millilitre à une longueur d'onde de 240,7 nm.

### 5.2 Appareil auxiliaire

Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande et/ou un dispositif à lecture numérique pour évaluer les critères présentés en 5.1.1 à 5.1.3 et pour tous les autres mesurages.

L'expansion d'échelle peut être utilisée jusqu'à ce que le bruit observé soit plus grand que l'erreur de lecture et 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 en divisant simplement le signal observé.

Un dispositif de correction de fond équipé d'une lampe à cathode creuse de deutérium est conseillé pour l'analyse d'aciers fortement alliés, de manière à éliminer les interférences de la bande d'absorption moléculaire de FeO à la longueur d'onde du cobalt.

## 6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284 ou aux normes nationales appropriées pour les aciers et les fontes.

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT** — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de fumées nitreuses ou de tout corps organique en général.

### 7.1 Prise d'essai

Peser une prise d'essai en fonction de la teneur présumée en cobalt comme suit:

- pour les teneurs en cobalt jusqu'à 2,0 % ( $m/m$ ), une prise d'essai d'environ 1,0 g à 0,001 g près;
- pour les teneurs en cobalt comprises entre 2,0 % ( $m/m$ ) et 5,0 % ( $m/m$ ), une prise d'essai d'environ 0,50 g à 0,000 5 g près.

### 7.2 Essai à blanc

Pour chaque domaine de concentrations (voir 7.1), effectuer un essai à blanc en parallèle au dosage, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs utilisés pour la prise d'essai, y compris le fer pur (4.1), mais en omettant la prise d'essai.

### 7.3 Dosage

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 7.3.1 Préparation de la solution d'essai

##### 7.3.1.1 Dissolution de la prise d'essai

ISO 11652:1997

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 4 ml d'acide nitrique (4.4) et couvrir le bécher avec un verre de montre. Lorsque l'effervescence cesse, ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) et chauffer. Chauffer jusqu'à ce que des fumées blanches denses d'acide perchlorique refluent lentement dans le bécher.

Laisser refroidir, ajouter 30 ml d'eau et chauffer doucement pour dissoudre les sels. Refroidir à nouveau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Filtrer la solution par décantation au travers d'un filtre en papier sec à texture moyenne pour éliminer tout résidu ou précipité, par exemple graphite, silice ou acide tungstique et récupérer le filtrat dans un bécher sec après avoir rejeté les premières fractions.

##### 7.3.1.2 Dilution de la prise d'essai

En fonction de la teneur en cobalt présumée dans la prise d'essai, préparer la solution d'essai conformément à a), b), c) ou d) comme suit.

- Si la teneur présumée en cobalt est inférieure à 0,08 % ( $m/m$ ), utiliser le filtrat (voir 7.3.1.1) non dilué.
- Si la teneur présumée en cobalt est comprise entre 0,08 % ( $m/m$ ) et 0,40 % ( $m/m$ ), diluer le filtrat comme suit.

Transférer 20,0 ml de filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir la note 1).

- Si la teneur présumée en cobalt est comprise entre 0,40 % ( $m/m$ ) et 2,0 % ( $m/m$ ), diluer le filtrat comme suit.

Transférer 10,0 ml de filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir la note 1).

- d) Si la teneur présumée en cobalt est comprise entre 2,0 % (m/m) et 5,0 % (m/m), diluer le filtrat comme suit.

Transférer 5,0 ml de filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir la note 1).

NOTE 1 S'il faut diluer le filtrat (voir 7.3.1.1) pour obtenir la solution d'essai, diluer la solution d'essai à blanc (voir 7.2) exactement de la même manière.

### 7.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

#### 7.3.2.1 Teneurs en cobalt jusqu'à 0,08 % (m/m)

Dans une série de six béchers de 250 ml, introduire des portions de  $(1,00 \pm 0,001)$  g de fer pur (4.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4) dans chaque bécher et les couvrir avec un verre de montre.

Lorsque l'effervescence cesse, refroidir et ajouter respectivement, à l'aide d'une burette, les volumes de solution étalon C de cobalt (4.6.3) donnés dans le tableau 1.

Procéder comme spécifié en 7.3.1.1 depuis « ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) ... » jusqu'au point a) de 7.3.1.2, en omettant l'étape de filtration.

**Tableau 1 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en cobalt jusqu'à 0,08 % (m/m)**

VOLUME de solution étalon C de cobalt (4.6.3) ml	Teneur correspondante en cobalt dans la solution d'essai finale µg/ml	Pourcentage correspondant de cobalt dans l'échantillon pour essai % (m/m)
0 <sup>1)</sup>	0	0
2,0	1,6	0,016
4,0	3,2	0,032
6,0	4,8	0,048
8,0	6,4	0,064
10,0	8,0	0,080

1) Terme zéro

#### 7.3.2.2 Teneurs en cobalt comprises entre 0,08 % (m/m) et 0,40 % (m/m)

Dans une série de six béchers de 250 ml, introduire des portions de  $(1,00 \pm 0,001)$  g de fer pur (4.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4) dans chaque bécher et les couvrir avec un verre de montre.

Lorsque l'effervescence cesse, refroidir et ajouter respectivement, à l'aide d'une burette, les volumes de solution étalon B de cobalt (4.6.2) donnés dans le tableau 2.

Procéder comme spécifié en 7.3.1.1 depuis « ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) ... » jusqu'au point b) de 7.3.1.2, en omettant l'étape de filtration.

**Tableau 2 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en cobalt comprises entre 0,08 % (m/m) et 0,40 % (m/m)**

Volume de solution étalon B de cobalt (4.6.2) ml	Teneur correspondante en cobalt dans la solution d'essai finale $\mu\text{g/ml}$	Pourcentage correspondant de cobalt dans l'échantillon pour essai % (m/m)
0 <sup>1)</sup>	0	0
4,0	1,6	0,080
8,0	3,2	0,160
12,0	4,8	0,240
16,0	6,4	0,320
20,0	8,0	0,400
1) Terme zéro		

**7.3.2.3 Teneurs en cobalt comprises entre 0,40 % (m/m) et 2,00 % (m/m)**

Dans une série de six béchers de 250 ml, introduire des portions de  $(1,00 \pm 0,001)$  g de fer pur (4.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4) dans chaque bécher et les couvrir avec un verre de montre.

Lorsque l'effervescence cesse, refroidir et ajouter respectivement, à l'aide d'une burette, les volumes de solution étalon A de cobalt (4.6.1) donnés dans le tableau 3.

Procéder comme spécifié en 7.3.1.1 depuis « ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) ... » jusqu'au point c) de 7.3.1.2, en omettant l'étape de filtration.

ISO 11652:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/146e7f35-3aab-4d08-86cc-45db14631a1d/iso-11652-1997>

**Tableau 3 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en cobalt comprises entre 0,40 % (m/m) et 2,00 % (m/m)**

Volume de solution étalon A de cobalt (4.6.1) ml	Teneur correspondante en cobalt dans la solution d'essai finale $\mu\text{g/ml}$	Pourcentage correspondant de cobalt dans l'échantillon pour essai % (m/m)
0 <sup>1)</sup>	0	0
4,0	1,6	0,40
8,0	3,2	0,80
12,0	4,8	1,20
16,0	6,4	1,60
20,0	8,0	2,00
1) Terme zéro		



### 7.3.2.4 Teneurs en cobalt comprises entre 2,0 % (m/m) et 5,0 % (m/m)

Dans une série de six béchers de 250 ml, introduire des portions de  $(0,50 \pm 0,0005)$  g de fer pur (4.1). Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4) dans chaque bécher et les couvrir avec un verre de montre.

Lorsque l'effervescence cesse, refroidir et ajouter respectivement, à l'aide d'une burette, les volumes de solution étalon A de cobalt (4.6.1) donnés dans le tableau 4.

Procéder comme spécifié en 7.3.1.1 depuis « ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) ... » jusqu'au point d) de 7.3.1.2, en omettant l'étape de filtration.

**Tableau 4 — Solutions d'étalonnage pour des teneurs en cobalt comprises entre 2,0 % (m/m) et 5,0 % (m/m)**

Volume de solution étalon A de cobalt (4.6.1) ml	Teneur correspondante en cobalt dans la solution d'essai finale $\mu\text{g/ml}$	Pourcentage correspondant de cobalt dans l'échantillon pour essai % (m/m)
0 <sup>1)</sup>	0	0
5,0	1,0	1,00
10,0	2,0	2,00
15,0	3,0	3,00
20,0	4,0	4,00
25,0	5,0	5,00
1) Terme zéro		

ISO 11652:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/146e7f35-3aab-4d08-86cc-45db14631a1d/iso-11652-1997>

### 7.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Utiliser les caractéristiques et les réglages indiqués dans le tableau 5.

### 7.3.4 Optimisation des réglages du spectromètre d'absorption atomique

Suivre les instructions du fabricant pour préparer l'instrument en vue de son emploi.

Régler le courant électrique, la lampe, la longueur d'onde et le débit de gaz. Allumer le brûleur et nébuliser de l'eau jusqu'à ce que l'indication soit stabilisée.

Régler la valeur d'absorbance à zéro en utilisant de l'eau.

Régler l'amortissement ou le temps d'intégration, afin d'obtenir un signal suffisamment régulier pour satisfaire aux critères de fidélité présentés de 5.1.1 à 5.1.3.

Régler la flamme pour obtenir une flamme claire et pauvre en combustible et régler la hauteur du brûleur pour se trouver juste 1 cm au-dessous du parcours optique. Nébuliser alternativement la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée et la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro, régler le débit du gaz et la position du brûleur (horizontalement, verticalement et latéralement) jusqu'à ce que la différence d'absorbance entre les deux solutions soit maximale. Vérifier que le spectromètre est réglé avec précision à la longueur d'onde requise.

La présence d'éléments d'alliage, particulièrement le nickel et le chrome, peut provoquer des interférences chimiques dans la flamme. De manière à éviter ces interférences, régler les conditions de flamme conformément aux résultats de l'essai préliminaire. La procédure pour l'essai préliminaire est la suivante.

Tableau 5 — Caractéristiques du spectromètre

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Cathode creuse au cobalt
Longueur d'onde	240,7 nm
Flamme	Flamme claire air et acétylène, réglée pour une réponse maximale
Courant d'alimentation	Suivre les recommandations du fabricant
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant
<b>AVERTISSEMENT — Les recommandations du fabricant doivent être scrupuleusement suivies et une attention particulière doit être portée aux points de sécurité suivants:</b> <b>a) la nature explosive de l'acétylène et la réglementation concernant son utilisation;</b> <b>b) la nécessité de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes avec verres teintés;</b> <b>c) la nécessité de maintenir la tête du brûleur propre et exempte de dépôts; un brûleur encrassé pouvant produire des retours de flamme;</b> <b>d) la nécessité de s'assurer que le siphon est rempli d'eau;</b> <b>e) la nécessité de toujours nébuliser de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.</b>	

Préparer une seconde série de solutions d'étalonnage contenant jusqu'à 0,08 % (m/m) de cobalt de la même manière qu'en 7.3.2.1, mais en utilisant 0,700 g de fer pur (4.1) et 0,300 g de nickel pur (4.2) au lieu de  $(1,00 \pm 0,001)$  g de fer pur.

Enregistrer le débit pour chaque teneur en cobalt où la même absorbance est obtenue et calculer le débit moyen. Il convient d'utiliser ce débit lors des mesurages spectrométriques.

Évaluer les critères présentés de 5.1.1 à 5.1.3 et l'exigence complémentaire donnée en 5.1.4 afin de s'assurer que l'appareil est approprié à la détermination.

### 7.3.5 Mesurages spectrométriques

Régler l'expansion d'échelle de manière que la solution d'étalonnage de concentration la plus élevée corresponde presque au maximum de l'échelle. Après que l'instrument a atteint la stabilité conformément aux critères de fidélité donnés en 5.1.1, choisir deux solutions d'étalonnage, l'une ayant une absorbance juste inférieure à celle de la prise d'essai et l'autre juste supérieure. Nébuliser d'abord ces solutions dans l'ordre croissant, puis dans l'ordre décroissant, la solution d'essai étant considérée comme une solution intermédiaire. Nébuliser toute la gamme des solutions d'étalonnage, y compris la solution correspondant au terme zéro, de nouveau dans l'ordre croissant puis dans l'ordre décroissant. Les moyennes des dernières séries ascendantes et descendantes des solutions d'étalonnage sont utilisées pour établir la courbe d'étalonnage.

Il est reconnu que cette manière de procéder ne peut pas être respectée avec des instruments automatiques qui permettent de travailler avec seulement deux solutions d'étalonnage. Dans ce cas, il est recommandé que les deux solutions d'encadrement ne soient pas utilisées pour l'étalonnage primaire, mais le soient alternativement avec la solution d'essai.

Nébuliser les solutions d'étalonnage à intervalles fréquents au cours des mesurages lorsqu'il s'agit de dosages sur un lot de solutions d'essai. Nettoyer le brûleur si les résultats montrent une perte de fidélité due à son bouchage.

Noter l'absorbance moyenne de chaque solution d'étalonnage.

Noter l'absorbance moyenne de la solution d'essai et l'absorbance moyenne de la solution à blanc.

NOTE 2 En conclusion des mesurages, nébuliser de l'eau pour enlever les traces de perchlorates (voir l'AVERTISSEMENT de l'article 7).

## 7.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Il est nécessaire d'établir une nouvelle courbe d'étalonnage pour chaque série de dosages et pour le domaine des teneurs présumées en cobalt.

Si le terme zéro a une absorbance significative, un mode opératoire plus compliqué est requis. Dans ce cas, la concentration en cobalt  $\rho_{Co,z}$  du terme zéro peut être calculée en utilisant l'équation

$$\rho_{Co,z} = \rho_{Co,C1} \times \frac{A_z}{A_{Co,C1} - A_z}$$

où

$\rho_{Co,C1}$  est la concentration en cobalt, exprimée en microgrammes par millilitre, ajoutée à la première solution d'étalonnage;

$A_z$  est l'absorbance du terme zéro;

$A_{Co,C1}$  est l'absorbance de la première solution d'étalonnage.

La valeur calculée  $\rho_{Co,z}$  est alors rajoutée à chacune des concentrations nominales d'étalonnage afin d'obtenir la courbe moyenne d'étalonnage passant par l'origine.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant sur le graphique les valeurs d'absorbances moyennes des solutions d'étalonnage en fonction de la teneur en cobalt, exprimée en microgrammes par millilitre.

## 8 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

### 8.1 Méthode de calcul

ISO 11652:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/146e7f35-3aab-4d08-86cc-4511e441ab3b/iso-11652-1997>

Convertir l'absorbance de la solution d'essai et l'absorbance de la solution d'essai à blanc en microgrammes de cobalt par millilitre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

La teneur en cobalt,  $w_{Co}$ , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$\begin{aligned} w_{Co} &= \frac{(\rho_{Co,1} - \rho_{Co,0}) \times D \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m} \\ &= \frac{(\rho_{Co,1} - \rho_{Co,0}) \times D}{10^2 \times m} \end{aligned}$$

où

$\rho_{Co,0}$  est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de cobalt dans la solution d'essai à blanc (voir 7.2);

$\rho_{Co,1}$  est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de cobalt dans la solution d'essai (voir 7.3.1);

$D$  est le facteur de dilution [c'est-à-dire 1 pour 7.3.1.2 a); 5 pour 7.3.1.2 b); 25 pour 7.3.1.2 c) ou 50 pour 7.3.1.2 d)];

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