

---

---

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

**(Partie 2: [standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))**

**Dosage du plomb**

[ISO 11437-2:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e328292-8862-481d-b885-8bf335752363/iso-11437-2-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e328292-8862-481d-b885-8bf335752363/iso-11437-2-1994>

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

*Part 2: Determination of lead content*



## 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 11437-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 4, *Analyse des alliages de nickel*.

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*

© 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

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

## Partie 2:

## Dosage du plomb

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11437 prescrit une méthode de dosage du plomb, par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique dans les domaines de teneurs de 0,5 g/tonne à 10,0 g/tonne dans les alliages de nickel.

Les prescriptions générales concernant l'appareillage, l'échantillonnage, la mise en solution de l'échantillon pour essai, les mesurages par absorption atomique, les calculs et le rapport d'essai sont données dans l'ISO 11437-1.

### 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 accords 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 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 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.*

### 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides. Addition d'un modificateur dans une partie aliquote de la solution d'essai.

Introduction d'un petit volume de la solution d'essai dans un atomiseur avec four en graphite électrothermique.

Mesurage de l'absorbance de l'énergie de la raie de résonance du spectre du plomb et comparaison avec celles de solutions d'étalonnage, à une longueur d'onde de 283,3 nm.

### 4 Réactifs

Outre les réactifs énumérés dans l'ISO 11437-1, les réactifs spéciaux suivants sont nécessaires.

**4.1 Nickel métal pur**, contenant moins de 1 g/tonne de plomb.

**4.2 Nickel**, solution mère (50 g/l).

Peser à 0,1 g près, 25,0 g de nickel pur (4.1). Les transférer dans un bécher de forme haute de 600 ml et ajouter 100 ml d'eau. Ajouter avec précaution 100 ml d'acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,41$  g/ml) par petites

portions, de manière que la dissolution reste contrôlable. Laisser refroidir la solution et la transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 1 Si le nickel se présente sous la forme de grosses tournures ou de morceaux, un chauffage modéré est recommandé afin d'assurer la dissolution complète. Quand on utilise de la poudre de nickel carbonylé, la solution doit être filtrée pour éliminer le carbone.

#### 4.3 Nickel, solution à (5,0 g/l).

Transférer 10,0 ml de la solution mère de nickel (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

#### 4.4 Modificateur, solution de nitrate de nickel et phosphate d'ammonium.

Peser à 0,1 g près, 6,0 g de dihydrogène orthophosphate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) et les dissoudre dans 50 ml d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 20,0 ml de solution mère de nickel (4.2), compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée.

#### 4.5 Plomb, solution étalon de référence (100 mg/l).

Peser à 0,001 g près, 0,100 g de plomb métal de pureté 99,9 % (*m/m*) minimum et les transférer dans un bécher de 250 ml. Les dissoudre dans un mélange de 20 ml d'acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/ml}$ ) et 20 ml d'eau. Chauffer pour parfaire la dissolution. Laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1 litre. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

#### 4.6 Plomb, solution étalon (1,0 mg/l).

Prélever à la pipette 10,0 ml de la solution étalon de référence de plomb (4.5), les introduire dans une fiole jaugée d'un litre. Ajouter 20 ml d'acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,41 \text{ g/ml}$ ). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution doit être fraîchement préparée.

## 5 Appareillage

L'appareillage requis est spécifié à l'article 5 de l'ISO 11437-1:1994.

Le spectromètre d'absorption atomique et l'atomiseur électrothermique conviennent si, après optimisation

selon l'annexe A (A.2 à A.6) de l'ISO 11437-1:1994, ils répondent aux critères spécifiés en 5.2.

### 5.1 Préparation des solutions nécessaires au contrôle des critères

Suivre les instructions données pour la préparation des solutions d'étalonnage de plomb, en 7.3 et 7.4.1.1. La composition de ces solutions d'étalonnage est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1 — Concentration en plomb des solutions d'étalonnage

Solutions d'étalonnage	Concentration en Pb		
	$\mu\text{g/litre}$	$\text{g/tonne}$	$\text{ng/ml}$
S1	0	0	0
S2	10	2	10,0
S3	20	4	20,0
S4	30	6	30,0

### 5.2 Critères instrumentaux

#### 5.2.1 Masse caractéristique

La masse caractéristique déterminée selon l'annexe A (A.7.1) de l'ISO 11437-1:1994, doit être dans les 20 % de celle donnée dans la notice du fabricant.

#### 5.2.2 Fidélité minimale

La fidélité minimale de la solution d'étalonnage S4 ne doit pas excéder 10 % de l'absorbance moyenne de la même solution et la fidélité minimale de la solution d'étalonnage S2 ne pas excéder 4 % de l'absorbance moyenne de la solution S4, déterminée comme décrit à l'annexe A (A.7.2) de l'ISO 11437-1:1994.

#### 5.2.3 Limite de détection

La limite de détection du plomb, déterminée comme décrit à l'annexe A (A.7.3) de l'ISO 11437-1:1994, doit être inférieure à 20 pg (équivalent à 1,0  $\mu\text{g/l}$  ou 0,2 g/tonne).

#### 5.2.4 Linéarité

La linéarité de la courbe d'étalonnage, déterminée comme décrit à l'annexe A (A.7.4) de l'ISO 11437-1:1994, ne doit pas être inférieure à 0,7.

## 6 Prélèvement et préparation de l'échantillon

Se référer à l'article 6 de l'ISO 11437-1:1994.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Procéder comme décrit en 7.1 de l'ISO 11437-1:1994. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

### 7.2 Essai à blanc des réactifs

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

### 7.3 Solutions d'étalonnage de plomb

À l'aide d'une burette de 25 ml, introduire respectivement 10,0 ml de solution mère de nickel (4.2) dans une série de six fioles jaugées de 100 ml. À l'aide d'une burette de 10 ml, ajouter 0 ml, 1,0 ml, 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; et 6,0 ml de la solution étalon de plomb (4.6). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Ces solutions étalons contiennent: 0 µg; 10,0 µg; 20,0 µg; 30,0 µg; 40,0 µg et 60,0 µg de plomb par litre.

### 7.4 Étalonnage et dosage

Avant mesurage procéder aux opérations décrites en 7.4.1.

#### 7.4.1 Dilutions et addition du modificateur nickel-phosphate

##### 7.4.1.1 Teneurs inférieures à 5,0 g/tonne dans l'échantillon

Transférer 1,0 ml de chaque solution d'essai contenant jusqu'à 25 µg Pb/l et de chaque solution d'étalonnage contenant jusqu'à 30 µg Pb/l dans les fioles en plastique de 5 ml à l'aide d'une micropipette. Ajouter 100 µl de la solution de modificateur (4.4) à l'aide d'une micropipette et homogénéiser.

##### 7.4.1.2 Teneurs comprises entre 5,0 et 10,0 g/tonne dans l'échantillon

Transférer 0,50 ml de chaque solution d'échantillon

contenant entre 25 µg et 50 µg de plomb par litre et des solutions d'étalonnage contenant 0 µg; 20,0 µg; 40,0 µg; et 60,0 µg de plomb par litre dans des fioles en plastique de 5 ml à l'aide d'une micropipette. Ajouter 0,50 ml de solution de nickel (4.3) et 100 µl de solution de modificateur (4.4) à l'aide de micropipettes et homogénéiser.

#### NOTES

2 Si l'atomiseur est équipé d'un distributeur d'échantillons, l'addition de modificateurs, la dilution et l'homogénéisation peuvent être faites dans les godets du distributeur.

3 L'homogénéisation peut être faite en vidant et remplissant le contenu de la fiole en plastique à l'aide de la plus grande micropipette.

#### 7.4.2 Mesurage de l'absorption atomique par excitation électrothermique

Procéder comme il est décrit en 7.4.1 de l'ISO 11437-1:1994 en utilisant

— un tube de graphite pyrolytique équipé d'une plate-forme de l'ov;

— un mesurage par intégration de la surface du pic d'absorption à la longueur d'onde de 283,3 nm;

— un volume d'injection de 20 µl.

#### 7.4.3 Préparation des courbes d'étalonnage

Procéder comme il est décrit en 7.4.2 de l'ISO 11437-1:1994.

### 7.5 Nombre de déterminations

Effectuer le dosage au moins en double.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calculs

Procéder comme il est décrit en 8.1 de l'ISO 11437-1:1994. Utiliser un facteur,  $F$ , de dilution de 1 dans le calcul selon 8.1.6 de l'ISO 11437-1:1994.

### 8.2 Fidélité

#### 8.2.1 Essais en laboratoire

Neuf laboratoires dans quatre pays ont participé à des essais suivant ce mode opératoire sur six échantillons dont la composition nominale est donnée au tableau 2.

## 8.2.2 Analyse statistique

Les données ont été traitées selon l'ISO 5725 comme décrit en 8.2.2 de l'ISO 11437-1:1994. Les résultats sont donnés au tableau 3.

## 9 Rapport d'essai

Se reporter à l'article 9 de l'ISO 11437-1:1994.

**Tableau 2 — Composition nominale des échantillons pour essai [% (m/m)]**

Échantillon	Pb	Co	Cr	Mo	Ta	Ti	Al	Hf	W	Ni
1	0,000 1	15	15	5	—	2,5	2,5	—	—	le reste
2	0,001	15	15	5	—	2,5	2,5	—	—	le reste
3	< 0,000 1	10	8	—	2,5	1,5	5	1,5	10	le reste
4	0,000 4	10	8	—	2,5	1,5	5	1,5	10	le reste
5	0,001	10	8	—	2,5	1,5	5	1,5	10	le reste
6	< 0,000 05	14	10	3	—	4,5	6	1(V)		le reste

**Tableau 3 — Résultats de l'analyse statistique**

Échantillon de référence	Moyenne g/tonne	Repe- tabilité	Reproduc- tabilité
1	1,6	0,26	0,45
2	9,6	1,31	2,13
3	0,14	0,33	0,42
4	4,0	0,59	0,86
5	10,7	1,42	2,06
6	0,04	0,27	0,26

Page blanche

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

ISO 11437-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e328292-8862-481d-b885-8bf335752363/iso-11437-2-1994>

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

ISO 11437-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e328292-8862-481d-b885-8bf335752363/iso-11437-2-1994>

---

---

**ICS 77.120.40**

**Descripteurs:** alliage de nickel, analyse chimique, dosage, élément à l'état de trace, plomb, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages

---

---