

---

---

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

**Partie 3: (ds.iteh.ai)  
Dosage de l'antimoine**

[ISO 11438-3:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993)

[04a0344bee0e/iso-11438-3-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993)

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

*Part 3: Determination of antimony 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 11438-3 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*.

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

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

## Partie 3: Dosage de l'antimoine

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11438 prescrit une méthode de dosage de l'antimoine, par spectrométrie d'absorption atomique à excitation électrothermique dans les domaines de teneurs de 1,0 g/t à 5,0 g/t dans le ferro-nickel, suivant la méthode des ajouts dosés.

Les prescriptions générales concernant l'appareillage, l'échantillonnage, le mode opératoire, les calculs et le rapport d'essai sont données dans l'ISO 11438-1.

### 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 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 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 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.*

### 3 Principe

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

Mesure de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance du spectre de l'antimoine dans la solution d'essai à une longueur d'onde de 217,6 nm par un spectromètre d'absorption atomique équipé d'un atomeur électrothermique à four en graphite.

Étalonnage selon la méthode par ajouts dosés telle que spécifiée dans l'ISO 11438-1.

### 4 Réactifs

Outre les réactifs énumérés dans l'ISO 11438-1, les réactifs spéciaux suivants sont nécessaires.

**4.1 Antimoine**, solution étalon de référence (1 000 mg/l).

Peser, à 0,001 g près, 0,274 g d'oxytartrate hydraté d'antimoine et potassium très pur  $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}]$ . Transférer dans une fiole jaugée de 100 ml. Dissoudre dans l'eau et compléter au volume avec de l'eau. Homogénéiser.

Cette solution doit être préparée le jour de l'utilisation.

**4.2 Antimoine**, solution étalon (10,0 mg/l).

Transférer à l'aide d'une pipette 10,0 ml de la solution étalon d'antimoine de référence (4.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant 50 ml d'acide nitrique

( $\rho_{20} = 1,41$  g/ml) dilué 1 + 1. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution doit être préparée le jour de l'utilisation.

#### 4.3 Antimoine, solution étalon de travail (1,0 mg/l).

Transférer à l'aide d'une pipette 10,0 ml de la solution étalon d'antimoine (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 5 ml d'acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,41$  g/ml) dilué 1 + 1. 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 11438-1:1993.

## 6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Voir l'article 6 de l'ISO 11438-1:1993.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'essai

Procéder de la manière indiquée en 7.1 de l'ISO 11438-1:1993.

### 7.2 Essai à blanc

Voir 7.2 de l'ISO 11438-1:1993.

### 7.3 Dosage par la méthode des ajouts dosés

#### 7.3.1 Mesurages d'absorption atomique

La mesure de l'absorbance par intégration de surface de pic doit être utilisée à la longueur d'onde de 217,6 nm. Pour vérifier l'atomiseur électrothermique procéder de la manière indiquée en 7.3.1 de l'ISO 11438-1:1993.

#### 7.3.2 Estimation semi-quantitative de l'antimoine

Procéder de la manière indiquée en 7.3.2 de l'ISO 11438-1:1993.

#### 7.3.3 Dosage quantitatif de l'antimoine

Procéder de la manière indiquée en 7.3.3 de l'ISO 11438-1:1993.

### 7.3.4 Tracé des courbes des ajouts dosés

Procéder de la manière indiquée en 7.3.4 de l'ISO 11438-1:1993.

NOTE 1 Ce mode opératoire est applicable à la partie linéaire des courbes.

## 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 de la teneur en antimoine

Procéder de la manière indiquée en 8.1.1 de l'ISO 11438-1:1993.

#### 8.1.2 Dosage quantitatif de l'antimoine

Procéder de la manière indiquée en 8.1.2 de l'ISO 11438-1:1993.

#### 8.1.3 Calcul de la teneur en antimoine

Calculer la teneur en antimoine  $w_{Sb}$  dans la prise d'essai, en grammes par tonne, en utilisant la formule

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

où

$\rho_{Sb}$  est la concentration en antimoine, en microgrammes par litre, trouvée dans la solution «zéro», conformément à 8.1.2 de l'ISO 11438-1:1993;

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

$F$  est le facteur de dilution de 2,5.

### 8.2 Fidélité

#### 8.2.1 Essais en laboratoire

Sept laboratoires dans cinq pays ont participé à des essais suivant ce mode opératoire sur deux échantillons dont les compositions nominales sont données au tableau 1.

Les échantillons ont été analysés trois fois à des jours différents.

## 8.2.2 Analyse statistique

**8.2.2.1** Les résultats du programme d'essais interlaboratoires ont été évalués suivant l'ISO 5725 comme décrit en 8.2.2 de l'ISO 11438-1:1993. Les résultats de cette analyse sont donnés dans le tableau 2.

**8.2.2.2** Un laboratoire a vu ses résultats rejetés comme aberrants au test de Cochran pour l'échantillon 1. Un autre laboratoire a vu ses résultats rejetés pour le même échantillon en raison d'une limite de détection trop élevée.

## 9 Rapport d'essai

Se reporter à l'article 10 de l'ISO 11438-1:1993.

**Tableau 1 — Composition nominale des échantillons pour essai**

Échantillon	Teneur, g/t														Teneur, % (m/m)	
	Pb	Sb	Sn	Te	Tl	Ag	In	Bi	As	Se	Cd	Ga	Ge	Zn	Ni	Fe
1	1	1	1	0,5	0,5	1	0,5	< 0,1	3	0,5	0,5	2	1	2	25	le reste
2	6	4	10	2	1	6	2	1	5	3	1	4	4	5	25	le reste

**Tableau 2 — Résultats de l'analyse statistique**

Echantillon	1	2
Moyenne $w_{Sb}$ , g/t	0,92	4,42
Écart-type intralaboratoire	0,1	0,3
Écart-type interlaboratoire	0,1	0,8
Répétabilité	0,3	0,9
Reproductibilité	0,4	2,3

Page blanche

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

ISO 11438-3:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993>

Page blanche

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

ISO 11438-3:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993>

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

ISO 11438-3:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1342a6d-738e-4f56-8f7b-04a0344bee0e/iso-11438-3-1993>

---

---

**CDU 669.245:543.422.064:546.86**

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

Prix basé sur 3 pages

---

---