

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13898-1

Première édition
1997-06-01

**Aciers et fontes — Dosage du nickel, du
cuivre et du cobalt — Méthode par
spectrométrie d'émission atomique avec
plasma induit par haute fréquence —**

Partie 1: (standards.iteh.ai)

**Prescriptions générales et mise en solution de
l'échantillon**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997>

*Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents —
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method —
Part 1: General requirements and sample dissolution*



Numéro de référence
ISO 13898-1:1997(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 13898-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

L'ISO 13898 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Aciers et fontes — Dosage du nickel, du cuivre et du cobalt — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence*:

- *Partie 1: Prescriptions générales et mise en solution de l'échantillon*
- *Partie 2: Dosage du nickel*
- *Partie 3: Dosage du cuivre*
- *Partie 4: Dosage du cobalt*

L'Annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 13898. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© 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

Introduction

La présente partie de l'ISO 13898 est à utiliser en liaison avec les parties suivantes qui prescrivent des méthodes de dosage des divers éléments contenus dans l'acier par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES).

Bien que les méthodes d'analyses prescrites soient présentées dans des normes séparées, il est possible de doser plusieurs éléments avec une seule solution d'essai.

L'ISO 13898 est optimisée pour donner la précision la plus élevée possible pour chaque élément, ce qui implique qu'on ne fait pas appel à la capacité de dosage multiple de la méthode ICP.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13898-1:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13898-1:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997>

Aciers et fontes — Dosage du nickel, du cuivre et du cobalt — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence —

Partie 1:

Prescriptions générales et mise en solution de l'échantillon

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 13898 prescrit une méthode pour le dosage du nickel, du cuivre et du cobalt présents dans les aciers non alliés et les fontes non alliés à des teneurs prescrites dans le tableau 1 par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence.

ISO 13898-1:1997
<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ca9-06ad-4011-8b50-e5017ab5ea0d/iso-13898-1-1997>
Tableau 1 — Plages de teneur des éléments à doser

Élément	Plage de teneur % (m/m)
Nickel	0,001 à 0,30
Cuivre	0,001 à 0,40
Cobalt	0,001 à 0,10

1.2 La présente partie de l'ISO 13898 spécifie les prescriptions générales applicables aux méthodes d'analyse par ICP-AES, préparation et mise en solution de la prise d'essai, méthode de calcul et mode opératoire d'évaluation des données relatives à la fidélité des méthodes prescrites dans les parties suivantes.

1.3 L'ISO 13898 prescrit deux méthodes possibles pour l'évaluation de la concentration des solutions d'essai, l'une avec un étalon interne, l'autre sans étalon interne.

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 13898. 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 13898 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 13898-2:1997, *Aciers et fontes — Dosage du nickel, du cuivre et du cobalt — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence — Partie 2: Dosage du nickel.*

ISO 13898-3:1997, *Aciers et fontes — Dosage du nickel, du cuivre et du cobalt — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence — Partie 3: Dosage du cuivre.*

ISO 13898-4:1997, *Aciers et fontes — Dosage du nickel, du cuivre et du cobalt — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence — Partie 4: Dosage du cobalt.*

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

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique et dilution de la solution à un volume connu. Si nécessaire, addition de scandium ou d'yttrium comme étalon interne. Nébulisation de la solution dans un spectromètre d'émission de plasma atomique à couplage inductif et mesurage de l'intensité de la lumière émise par chaque élément ou, éventuellement, dans le même temps, de la lumière émise par le scandium ou l'yttrium. Des exemples de raies analytiques sont donnés dans le tableau 2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997>

Tableau 2 — Exemples de raies analytiques des éléments à doser

Élément	Raies analytiques nm
Nickel	231,60
Cuivre	324,75 ou 327,40
Cobalt	228,62
Scandium	361,38 ou 424,68 (étalon interne)
Yttrium	371,03 (étalon interne)

4 Réactifs

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

4.1 Fer pur, contenant moins de 0,0001 % (m/m) de chaque élément.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1+1.

4.3 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml, dilué 1+1.

4.4 Scandium, solution étalon interne, correspondant à 1 g de Sc par litre.

Peser, à 1 mg près, 1,534 g d'oxyde de scandium [pureté > 99,98 % (m/m)]. Transvaser dans un bécher de 500 ml et mettre en solution dans 40 ml d'acide nitrique (4.3). 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 interne contient 1 mg de Sc.

4.5 Yttrium, solution étalon interne, correspondant à 1 g de Y par litre.

Peser, à 1 mg près, 1,270 g d'oxyde d'yttrium [pureté > 99,98 % (m/m)]. Transvaser dans un bécher de 500 ml et mettre en solution dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2). 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 interne contient 1 mg de Y.

4.6 Solution étalon de chacun des éléments à doser.

Préparer séparément pour chaque élément de la manière prescrite dans la partie correspondante de l'ISO 13898.

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

(standards.iteh.ai)

5.1 Spectromètre d'émission atomique, avec plasma à couplage inductif (CP-AES).

L'ICP-AES utilisé sera satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.4.1, il correspond aux critères de performance indiqués en 5.1.1 à 5.1.3.

Le spectromètre peut être de type simultané ou séquentiel. Si un spectromètre séquentiel peut être équipé d'un dispositif supplémentaire pour mesurer simultanément la raie de l'étalon interne (scandium ou yttrium), il peut être utilisé avec l'étalon en question. S'il n'est pas équipé de ce dispositif, aucun étalon interne ne peut être utilisé et une technique sans étalon interne doit être utilisée.

5.1.1 Stabilité à court terme (voir A.1.3)

Calculer l'écart-type de dix mesurages de l'intensité absolue ou du rapport d'intensités de la lumière émise par la solution d'étalonnage la plus concentrée de chaque élément à doser. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 0,4 % de l'intensité absolue moyenne ou des rapports d'intensité moyennes.

5.1.2 Concentration équivalente du fond et limite de détection (voir A.1.1 et A.1.2)

Calculer la concentration équivalente du fond (BEC) et la limite de détection (DL) de la raie analytique d'une solution ne contenant que l'élément à analyser. Cette valeur doit être inférieure aux valeurs indiquées dans le tableau 3.

5.1.3 Linéarité de la courbe (voir A.2)

La linéarité de la courbe d'étalonnage est vérifiée par calcul du coefficient de corrélation. Ce coefficient doit être supérieur à 0,999.

Tableau 3 — Concentration équivalente du fond et limite de détection

Raie analytique	BEC	DL
nm	mg/l	mg/l
Ni 234,60	1,5	0,04
Cu 324,75	0,8	0,02
Co 228,62	0,8	0,04

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, environ 1,00 g de l'échantillon pour essai.

7.2 Essai à blanc (correspondant au terme zéro)

Parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc avec les mêmes quantités de tous les réactifs, y compris le fer pur (4.1).

7.3 Dosage

ISO 13898-1:1997

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f282ea9-06ad-4011-8b50-e50f7ab5ea0d/iso-13898-1-1997>

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 200 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.3), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que l'effervescence cesse. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et continuer à chauffer jusqu'à mise en solution complète.

Refroidir à température ambiante et transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml. Si l'on utilise la technique de l'étalon interne, à l'aide d'une pipette, ajouter 2 ml de solution étalon interne de scandium (4.4) ou 10 ml de solution étalon interne d'yttrium (4.5). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Procéder de la manière indiquée dans la partie correspondante de l'ISO 13898.

7.4 Mesurages spectrométriques

7.4.1 Optimisation de l'instrument

Mettre en marche l'ICP-AES et le laisser en fonctionnement pendant au moins 1 h avant de procéder aux mesurages.

Régler tous les paramètres instrumentaux, le débit de chaque gaz (extérieur, intermédiaire ou central), la position de la torche, les fentes d'entrée, les fentes de sortie, la tension du tube photomultiplicateur, la longueur d'onde de la raie analytique prescrite dans le tableau 2, le temps de rinçage et le temps d'intégration conformément aux instructions du fabricant de l'appareil et aux lignes directrices données dans l'annexe A tout en aspirant la solution d'étalonnage la plus concentrée.

Préparer le logiciel permettant de mesurer l'intensité, la valeur moyenne et l'écart-type relatif de la raie analytique.

Fixer le temps d'intégration et la tension appliquée aux photomultiplicateurs, puis mesurer l'intensité correspondant à la solution d'étalonnage la plus concentrée afin d'obtenir la valeur d'intensité optimale conformément aux recommandations du fabricant.

Si l'on utilise un étalon interne, préparer le logiciel permettant d'utiliser la raie Sc (361,38 nm) ou la raie Y (371,03 nm) comme étalon interne et de calculer le rapport entre les intensités de chaque élément et l'intensité du scandium ou de l'yttrium.

L'intensité de l'étalon interne doit être mesurée en même temps que celle de l'élément à doser.

Vérifier les caractéristiques de fonctionnement de l'appareil indiquées en 5.1.1 à 5.1.3.

7.4.2 Mesurage des intensités émises

Quand on mesure leurs intensités absolues, les températures de toutes les solutions à mesurer ne doivent pas s'écarter de plus de 1 °C l'une par rapport à l'autre. Filtrer toutes les solutions au travers d'un papier filtre à texture moyenne. Jeter les premiers 2 ml à 3 ml.

Mesurer l'intensité absolue ou le rapport des intensités de la raie analytique en commençant par la solution la moins concentrée (terme zéro).

Continuer avec deux ou trois solutions d'essai inconnues, puis avec la solution la moins concentrée suivante, deux ou plusieurs solutions inconnues, et ainsi de suite. Mesurer de cette façon toutes les solutions inconnues dans le même temps que les solutions d'étalonnage permet de maîtriser toute dérive entre les solutions d'étalonnage et les solutions d'essai inconnues.

Réaliser cinq intégrations pour chaque solution et vérifier que la stabilité à court terme est la même que celle prescrite en 5.1.1, puis calculer l'intensité moyenne ou le rapport des intensités moyennes pour chaque solution.

Soustraire l'intensité absolue moyenne ou le rapport des intensités moyennes (I_0) du terme zéro de l'intensité absolue moyenne ou du rapport des intensités moyennes (I_i) de chaque solution pour obtenir l'intensité absolue nette ou le rapport des intensités nettes (I_N):

$$I_N = I_i - I_0$$

7.4.3 Préparation de la courbe d'étalonnage

Utiliser un calculateur électronique pour établir une régression linéaire entre les points correspondant aux intensités nettes ou aux rapports d'intensités nettes sur l'axe des Y et à la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de chaque élément à doser dans la solution d'étalonnage sur l'axe des X.

Calculer le coefficient de corrélation. Ce coefficient doit être conforme aux spécifications de 5.1.3.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

À l'aide du calculateur électronique, convertir l'intensité nette ou le rapport des intensités nettes en concentration, ρ_e , exprimée en microgrammes par millilitre, de l'élément dans la solution d'étalonnage en utilisant la courbe d'étalonnage (voir 7.4.3).