

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13898-2

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 2:
Dosage du nickel**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eec1b18d-6113-4f33-83b0-f1db233e93bd/iso-13898-2-1997>

*Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents —
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method —*

Part 2: Determination of nickel content



Numéro de référence
ISO 13898-2:1997(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 13898-2 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*

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 13898 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

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

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13898 prescrit une méthode pour le dosage du nickel dans les aciers non alliés et les fontes non alliées par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence.

La méthode est applicable aux teneurs en nickel comprises entre 0,001 % (m/m) et 0,30 % (m/m).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eec1b18d-6113-4f33-83b0-f1db233e93bd/iso-13898-2-1997>

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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification 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 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.*

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

3 Principe

Le principe est énoncé dans l'article 3 de l'ISO 13898-1:1997.

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.

En plus des réactifs indiqués dans l'article 4 de l'ISO 13898-1:1997, les réactifs suivants sont nécessaires.

4.1 Nickel, solution étalon.

4.1.1 Solution mère, correspondant à 1,0 g de Ni par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 1,000 g de nickel métal [pureté > 99,99 % (m/m)] et le transvaser dans un bécher de 200 ml. Ajouter 50 ml d'acide nitrique (4.3 de l'ISO 13898-1:1997), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement pour mettre en solution. 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 mère contient 1,0 mg de Ni.

4.1.2 Solution étalon A, correspondant à 0,100 g de Ni par litre.

Transvaser 20,0 ml de la solution mère de nickel (4.1.1) dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution juste avant l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 0,100 mg de Ni.

4.1.3 Solution étalon B, correspondant à 0,020 g de Ni par litre.

Transvaser 10,0 ml de la solution mère de nickel (4.1.1) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Si la courbe d'étalonnage se révèle non linéaire, il est possible d'utiliser une autre série gamme de solutions d'étalonnage.

Préparer cette solution juste avant l'emploi.

1 ml de cette solution étalon contient 0,020 mg de Ni.

5 Appareillage

L'appareillage requis est décrit dans l'article 5 de l'ISO 13898-1:1997.

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)

Procéder de la manière indiquée en 7.2 de l'ISO 13898-1:1997.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Procéder de la manière indiquée en 7.3.1 de l'ISO 13898-1:1997.

7.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Introduire, dans une série de six béchers de 200 ml, 1,00 g \pm 0,001 g de fer pur (4.1 de l'ISO 13898-1:1997). Ajouter, dans chaque bécher, 10 ml d'acide nitrique (4.3 de l'ISO 13898-1:1997), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que l'effervescence cesse. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2 de l'ISO 13898-1:1997) et continuer à chauffer jusqu'à mise en solution complète.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eec1b18d-6113-4f33-83b0->

Refroidir à température ambiante et transvaser quantitativement la solution contenue dans chaque bécher dans une série de six fioles jaugées de 200 ml, en rinçant chacun des béchers avec une quantité minimale d'eau.

À l'aide d'une pipette ou d'une burette, ajouter, dans chaque fiole jaugée, le volume de solution étalon de nickel A (4.1.2) indiqué dans le tableau 1. Si la courbe d'étalonnage se révèle non linéaire, il est possible d'utiliser une autre gamme de solutions d'étalonnage (voir, par exemple, tableaux 2 et 3). 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 de l'ISO 13898-1:1997) ou 10 ml de la solution étalon interne d'yttrium (4.5 de l'ISO 13898-1:1997). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4 Mesurages spectrométriques

7.4.1 Optimisation de l'appareil

Procéder de la manière indiquée en 7.4.1 de l'ISO 13898-1:1997.

7.4.2 Mesurage des intensités émises

Procéder de la manière indiquée en 7.4.2 de l'ISO 13898-1:1997.

7.4.3 Préparation de la courbe d'étalonnage

Procéder de la manière indiquée en 7.4.3 de l'ISO 13898-1:1997.

Tableau 1 — Teneurs en nickel comprises entre 0,001 % (m/m) et 0,30 % (m/m)

Volume de la solution étalon A de nickel (4.1.2)	Concentration de nickel	Teneur correspondante en nickel de la prise d'essai
ml	µg/ml	% (m/m)
0 ¹⁾	0,	0
5,0	2,50	0,050
10,0	5,00	0,100
15,0	7,50	0,150
20,0	10,00	0,200
30,0	15,00	0,300

1) Terme zéro.

Tableau 2 — Exemple pour des teneurs en nickel allant jusqu'à 0,010 % (m/m)

Volume de la solution étalon B de nickel (4.1.3)	Concentration de nickel	Teneur correspondante en nickel de la prise d'essai
ml	µg/ml	% (m/m)
0 ¹⁾	0	0
0,5	0,050	0,001 0
1,0	0,100	0,002 0
2,0	0,200	0,004 0
3,0	0,300	0,006 0
5,0	0,500	0,010 0

1) Terme zéro.

Tableau 3 — Exemple pour des teneurs en nickel comprises entre 0,010 % (m/m) et 0,060 % (m/m)

Volume de la solution étalon B de nickel (4.1.3)	Concentration de nickel	Teneur correspondante en nickel de la prise d'essai
ml	µg/ml	% (m/m)
0 ¹⁾	0	0
5,0	0,50	0,010
10,0	1,00	0,020
20,0	2,00	0,040
30,0	3,00	0,060
50,0	5,00	0,100

1) Terme zéro.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode de calcul

Procéder de la manière indiquée en 8.1 de l'ISO 13898-1:1997.

8.2 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 26 laboratoires de 12 pays à 11 niveaux de teneur en nickel, chaque laboratoire ayant effectué trois dosages (voir notes 1 et 2) de la teneur en nickel à chaque niveau.

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués dans le tableau A.1.

Les résultats obtenus ont été soumis à un traitement statistique conformément à l'ISO 5725-1, l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-3, en utilisant les données obtenues sur les échantillons des 11 niveaux de teneur en nickel dans le domaine d'application.

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en nickel et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_W) des résultats d'essai (voir note 3) comme le résume le tableau 4. La représentation graphique des données figure dans l'annexe B.

Tableau 4

Teneur en nickel % (m/m)	Limite de répétabilité r	Limites de reproductibilité	
		R	R_W
0,001	0,000 39	0,000 76	0,000 55
0,002	0,000 46	0,000 95	0,000 67
0,005	0,000 56	0,001 3	0,000 87
0,010	0,000 66	0,001 6	0,001 0
0,020	0,000 77	0,002 0	0,001 3
0,050	0,000 95	0,002 8	0,001 6
0,050	0,001 3	0,003 7	0,002 0
0,100	0,002 6	0,007 4	0,003 7
0,200	0,005 1	0,015	0,007 0
0,300	0,007 5	0,023	0,010

NOTES

- 1 Deux des trois dosages ont été faits dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725-1, soit: un même opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques, le même étalonnage et une période de temps minimale.
- 2 Le troisième dosage a été fait à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur que dans la note 1 avec le même appareillage mais avec un nouvel étalonnage.
- 3 La limite de répétabilité (r) et la limite de reproductibilité (R) ont été calculées par la procédure indiquée dans l'ISO 5725-2 d'après les résultats obtenus le jour 1. La limite de reproductibilité intralaboratoire (R_W) a été calculée en fonction du premier résultat obtenu le jour 1 et du résultat obtenu le jour 2 par la procédure indiquée dans l'ISO 5725-3.

9 Rapport d'essai

À présenter conformément à l'article 9 de l'ISO 13898-1:1997.

Annexe A (informative)

Informations complémentaires sur les essais interlaboratoires internationaux

Les données de répétabilité et de reproductibilité du tableau 4 découlent des résultats des essais interlaboratoires internationaux effectués en 1993 sur neuf échantillons d'acier et deux échantillons de fonte dans 12 pays impliquant 26 laboratoires.

Les résultats de ces essais sont présentés dans le document ISO/TC 17/SC 1 N 1024 de mars 1994. La représentation graphique des données de fidélité figure dans l'annexe B.

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués dans le tableau A.1.

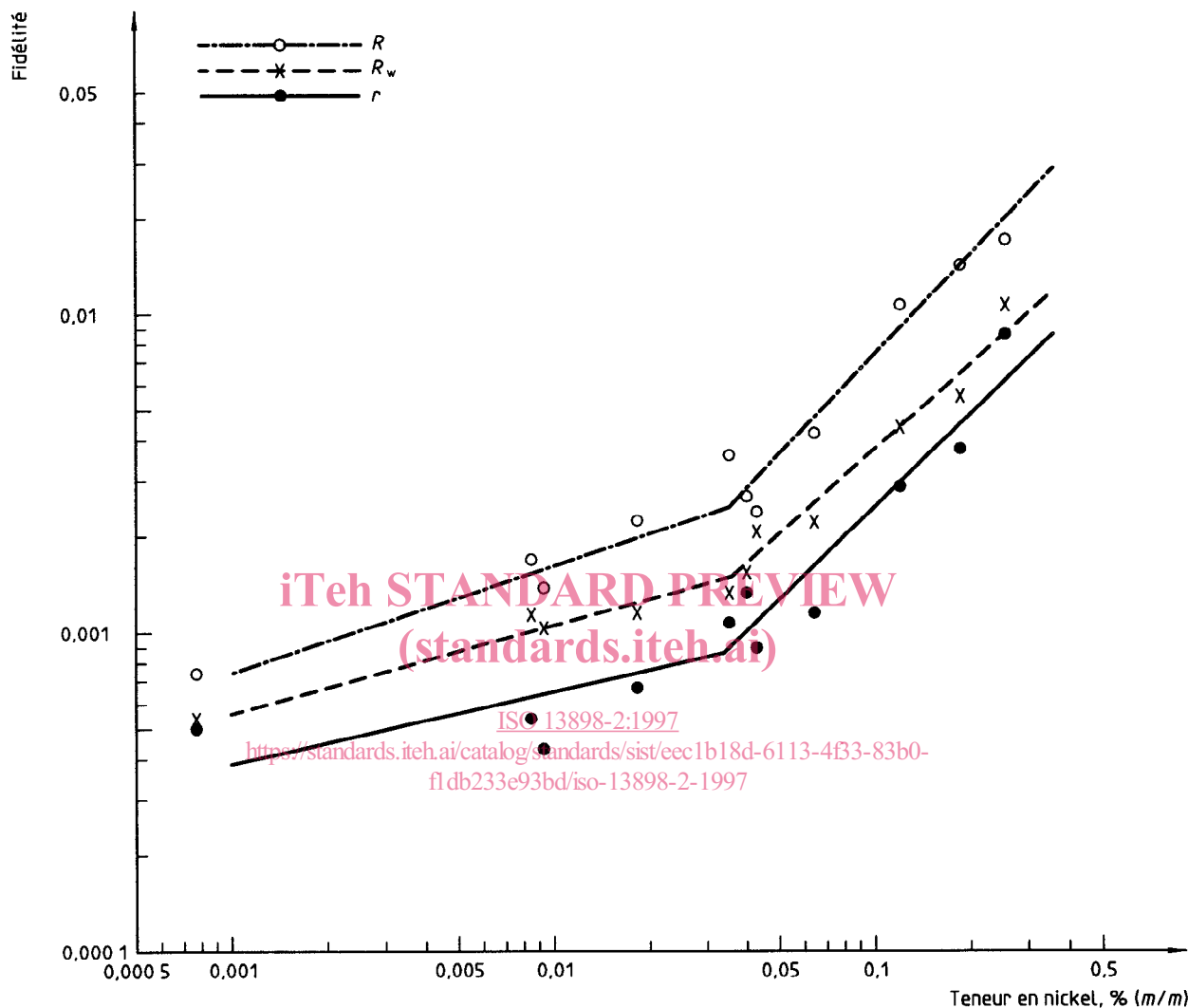
Tableau A.1

Échantillon	Teneur en nickel % (m/m)			Données de fidélité		
	Certifiées	Trouvée		Limite de répéta- bilité <i>r</i>	Limites de reproductibilité	
		$\bar{w}_{Ni,1}$	$\bar{w}_{Ni,2}$		<i>R</i>	<i>R_w</i>
JSS 003-3 (Acier non allié)	0,000 8	0,000 76	0,000 76	0,000 49	0,000 75	0,00053
NR 1C (Acier non allié)	0,009 0	0,009 0	0,008 9	0,000 43	0,001 4	0,001 0
NR 21 (Acier non allié)	0,035	0,034 6	0,034 5	0,001 1	0,003 6	0,001 3
NBS 15h (Acier non allié)	0,017	0,017 8	0,017 8	0,000 69	0,002 3	0,001 1
NBS 16f (Acier non allié)	0,008	0,008 3	0,008 2	0,000 54	0,001 7	0,001 1
BAS 087-1 (Acier non allié)	0,118	0,119	0,119	0,002 9	0,010 8	0,004 3
BCS 452 (Acier non allié)	0,19	0,191	0,191	0,004 0	0,014 6	0,005 6
IRSID 081-1 (Acier non allié)	0,042	0,042 2	0,042 2	0,000 90	0,002 4	0,002 1
IRSID 010-1 (Acier non allié)	0,259	0,264	0,264	0,008 9	0,017 5	0,010 7
EURO 488-1 (Fonte)	0,065 1	0,065 5	0,065 4	0,001 2	0,004 3	0,002 3
EURO 487-1 (Fonte)	0,040	0,040 5	0,040 4	0,001 4	0,002 7	0,001 5

$\bar{w}_{Ni,1}$: moyenne générale sur un même jour
 $\bar{w}_{Ni,2}$: moyenne générale sur plusieurs jours

Annexe B (informative)

Représentation graphique des données de fidélité



Teneurs en nickel allant jusqu'à 0,03 % (m/m)

$$\lg r = 0,224 6 \lg \bar{w}_{Ni,1} - 2,731 8$$

$$\lg R = 0,331 3 \lg \bar{w}_{Ni,1} - 2,127 4$$

$$\lg R_W = 0,279 1 \lg \bar{w}_{Ni,2} - 2,419 0$$

Teneurs en nickel comprises entre 0,03 % (m/m) et 0,3 % (m/m)

$$\lg r = 0,994 1 \lg \bar{w}_{Ni,1} - 1,599 2$$

$$\lg R = 0,988 8 \lg \bar{w}_{Ni,1} - 1,144 1$$

$$\lg R_W = 0,920 8 \lg \bar{w}_{Ni,2} - 1,510 3$$

où

$\bar{w}_{Ni,1}$ est la teneur moyenne en nickel, exprimée en pourcentage en masse, obtenue sur un même jour;

$\bar{w}_{Ni,2}$ est la teneur moyenne en nickel, exprimée en pourcentage en masse, obtenue sur plusieurs jours.

Figure B.1 — Relation logarithmique entre la teneur en nickel (\bar{w}_{Ni}) et la limite de répétabilité (r) et les limites de reproductibilité (R et R_W)