
**Aciers et fontes — Dosage de l'étain —
Méthode par spectrométrie d'absorption
atomique dans la flamme (extraction
comme Sn-SCN)**

*Steel and iron — Determination of tin content — Flame atomic absorption
spectrometric method (extraction as Sn-SCN)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15353:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf012bf1-bd9f-4b59-9b75-7626f8aaa4a9/iso-15353-2001>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15353:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf012bf1-bd9f-4b59-9b75-7626f8aaa4a9/iso-15353-2001>

© ISO 2001

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	3
7 Mode opératoire	4
8 Tracé des courbes d'étalonnage	6
9 Expression des résultats	6
10 Rapport d'essai	7

Annexes

A Renseignements supplémentaires sur les essais coopératifs internationaux.....	8
B Représentation graphique des données de fidélité	9

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15353:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf012bfl-bd9f-4b59-9b75-7626f8aaa4a9/iso-15353-2001>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 15353 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 15353:2001
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf012bf1-bd9f-4b59-9b75-7626f8aaa4a9/iso-15353-2001>

Aciers et fontes — Dosage de l'étain — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (extraction comme Sn-SCN)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'étain dans les aciers et les fontes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme. La méthode est applicable aux aciers et fontes avec une fraction massique d'étain comprise entre 0,001 % et 0,1 %.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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 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 les acides chlorhydrique et nitrique. Formation d'un complexe de Sn-SCN et extraction de ce dernier dans du 4-méthyl-2-pentanone (isobutyl-méthyl-cétone).

Aspiration de la solution organique dans une flamme monoxyde de diazote/acétylène. Mesurage spectrométrique de l'absorption atomique de la raie spectrale 224,6 nm émise par une lampe à cathode creuse en étain.

Une solution étalon d'étain métal de haute pureté est utilisée comme référence pour les graphiques d'étalonnage.

4 Réactifs

Sauf indications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, conforme à la qualité 2, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

4.2 Acide chlorhydrique, HCl, ρ approximativement 1,19 g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, HCl, dilué (1 + 1).

4.4 Acide nitrique, HNO₃, ρ approximativement 1,40 g/ml.

4.5 Acide formique, HCOOH, ρ approximativement 1,21 g/ml.

4.6 Acide chlorhydrique, HCl, dilué (1 + 24).

4.7 Acide ascorbique, C₆H₈O₆.

4.8 Thiocyanate de potassium en solution.

Dissoudre 25 g de thiocyanate de potassium (KSCN) dans de l'eau (4.1), compléter à 50 ml et homogénéiser. Préparer cette solution extemporanément.

4.9 4-méthyl-2-pentanone (isobutyl-méthyl-cétone), (CH₃)₂CHCH₂COCH₃.

4.10 Solution de lavage.

Dissoudre 45 g d'acide ascorbique (4.7) et 25 g de thiocyanate de potassium dans 500 ml d'acide chlorhydrique (4.6). Préparer la solution extemporanément.

4.11 Étain, solution étalon.

4.11.1 Solution mère, correspondant à 1 g d'étain par litre.

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,25 g d'étain métallique (avec une fraction massique d'étain d'au moins 99,9 %). Transvaser dans un bêcher de 250 ml et dissoudre dans 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 ml d'acide nitrique (4.4). Chauffer doucement. Lorsque la dissolution est complète, enlever immédiatement le bêcher de la plaque chauffante et laisser refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml contenant 100 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de solution mère contient 1 mg d'étain.

4.11.2 Solution étalon A, correspondant à 50 mg d'étain par litre.

Transvaser 25 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml et ajouter 90 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,05 mg d'étain.

4.11.3 Solution étalon B, correspondant à 5 mg d'étain par litre.

Transvaser 25 ml de la solution étalon A (4.11.2) dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,005 mg d'étain.

4.12 Fer, exempt d'étain (fraction massique d'étain inférieure à 0,000 1 %).

4.13 Solution d'optimisation du spectromètre d'absorption atomique.

Dissoudre 4 g d'acide ascorbique (4.7) dans 40 ml de HCl (4.6). Laisser refroidir et ajouter 3 ml de la solution mère étalon (4.11.1). Procéder exactement de la façon spécifiée en 7.3.2 mais transvaser la phase organique dans une

fiolle jaugée de 100 ml, compléter au volume avec du 4-méthyl-2-pentanone (4.9) et homogénéiser. Si la fiolle jaugée est correctement bouchée, la solution restera stable pendant plusieurs semaines.

5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 648 ou l'ISO 1042 selon le cas. Utiliser du matériel de laboratoire courant.

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, composé d'une lampe à cathode creuse en étain, alimentée en acétylène et en monoxyde de diazote exempts d'eau et d'huile et suffisamment purs pour fournir une flamme régulière avec à la base une bande rouge.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé est jugé satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.3.5, la limite de détection et la concentration caractéristique coïncident raisonnablement avec les valeurs indiquées par le fabricant et si l'appareil répond aux critères de fidélité donnés en 5.1.1 à 5.1.3. Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences de performance complémentaires données en 5.1.4.

5.1.1 Stabilité à court terme

L'écart-type de 10 mesures de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée ne doit pas dépasser 1,5 % de l'absorbance moyenne de cette même solution.

5.1.2 Limite de détection

Elle est déterminée en prenant le triple de l'écart-type de 10 mesures de l'absorbance d'une solution contenant l'élément à un niveau de concentration choisi afin de donner une absorbance juste au-dessus de celle du terme zéro. La limite de détection de l'étain dans une matrice similaire à celle de la solution de la prise d'essai finale doit être meilleure que 0,1 µg de Sn par millilitre de solution organique.

5.1.3 Linéarité de la courbe

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentration (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 concentration déterminé de la même façon. Pour les instruments à étalonnage automatique sur un ou deux étalons, il faut que les exigences susmentionnées pour la linéarité de la courbe soient vérifiées par une lecture d'absorbance, avant l'analyse.

5.1.4 Concentration caractéristique

La concentration caractéristique pour l'étain dans une matrice similaire à celle de la solution de prise d'essai finale doit être meilleure que 0,4 µg de Sn par millilitre de solution organique.

5.2 Appareil auxiliaire, consistant en un enregistreur graphique ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, recommandé pour évaluer les critères présentés en 5.1 et pour toutes les autres mesures.

Une expansion d'échelle peut être utilisée jusqu'à ce que le bruit observé soit plus grand que l'erreur de la lecture et elle 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 lire la valeur du coefficient de l'expansion d'échelle, cette valeur peut être calculée par le mesurage de l'absorbance d'une solution appropriée avec ou sans expansion d'échelle et par simple division du signal observé.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai de l'échantillon conformément au Tableau 1.

Tableau 1 — Prises d'essai

Teneur attendue en étain Fraction massique en %	Prise d'essai g
0,001 à 0,025	1
0,025 à 0,05	0,5
0,05 à 0,1	0,25

7.2 Essai de blanc

Effectuer parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai de blanc utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs mais cette fois-ci sans la prise d'essai.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (voir 7.1) dans un bêcher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 5 ml d'acide nitrique (4.4) et couvrir le bêcher. Chauffer doucement. Lorsque la dissolution est complète, enlever immédiatement le bêcher de la plaque chauffante et laisser refroidir.

Rincer le couvercle à l'eau et ajouter 5 ml d'acide formique (4.5). Chauffer doucement (sans le couvercle) jusqu'à ce que la réaction cesse. Ensuite, enlever immédiatement le bêcher de la plaque chauffante. Compléter avec 20 ml d'acide chlorhydrique (4.6).

Ajouter 4 g d'acide ascorbique (4.7) et dissoudre en chauffant doucement. Enlever immédiatement de la plaque chauffante et laisser refroidir à température ambiante.

7.3.2 Extraction

Transvaser quantitativement la solution de dosage dans une ampoule à décanter de 125 ml et compléter à 60 ml avec de l'acide chlorhydrique (4.6). Ajouter 5 ml de thiocyanate de potassium (4.8) et 10 ml de 4-méthyl-2-pentanone (4.9). Agiter énergiquement pendant 60 s.

Attendre que les phases se séparent complètement. Normalement, il faut approximativement 5 min, mais dans le cas où les échantillons contiennent du graphite ou des éléments qui précipitent, cela peut durer de 15 min à 20 min. Jeter la phase aqueuse inférieure.

Ajouter 50 ml de la solution de lavage (4.10). Agiter énergiquement pendant 120 s. Attendre la séparation complète des phases. Jeter la phase aqueuse inférieure. Il n'est pas nécessaire de séparer quantitativement la phase organique. Jeter environ 0,5 ml de la phase organique avec la phase aqueuse. Vérifier que l'extrémité inférieure cylindrique de l'ampoule à décanter ne contient plus aucune trace d'eau.

Filtrer la phase organique sur une fiole jaugée sèche de 10 ml, à travers un filtre rapide en papier sec. Boucher la fiole. La solution est stable pendant 24 h.

7.3.3 Préparation des solutions d'étalonnage

Introduire les solutions étalons de fer (4.12) et d'étain (4.11.2 et 4.11.3) dans six bêchers de 250 ml en suivant les indications du Tableau 2. Procéder exactement de la façon spécifiée en 7.3.1 et 7.3.2.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

Quantité de fer exempt d'étain ajouté g	Volume de solution étalon B d'étain (4.11.3) ml	Volume de solution étalon A d'étain (4.11.2) ml	Teneur en étain (Sn) de la solution de prise d'essai finale µg
1	0	—	0
1	1	—	5
1	2	—	10
1	—	1	50
1	—	2	100
1	—	5	250
0,5	—	0	0
0,5	—	2	100
0,5	—	2,5	125
0,5	—	3	150
0,5	—	4	200
0,5	—	5	250
0,25	—	0	0
0,25	—	2	100
0,25	—	3	150
0,25	—	4	200
0,25	—	5	250
0,25	—	6	300

7.3.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Procéder comme spécifié dans le Tableau 3.

Tableau 3 — Paramètres instrumentaux

Type de lampe	Cathode creuse en étain
Longueur d'onde	224,6 nm
Flamme	Monoxyde de diazote/acétylène, réductrice. La taille de la flamme rouge doit être ajustée à approximativement 20 mm pour une réponse maximale de l'étain
Courant d'alimentation	Suivre les recommandations du fabricant
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant
Correction de fond	Non

7.3.5 Optimisation des réglages du spectromètre d'absorption atomique

Suivre les instructions du fabricant pour préparer l'instrument à utiliser. Aspirer ensuite le 4-méthyl-2-pentanone (4.9).

Régler l'instrument de façon à obtenir un signal maximal lors de l'aspiration de la solution d'optimisation (4.13). Continuer à aspirer du 4-méthyl-2-pentanone (4.9) jusqu'à ce que le spectromètre soit prêt à effectuer des mesures.