
**Aciers — Dosage du silicium — Méthode
par spectrométrie d'émission atomique
avec plasma induit par haute fréquence**

*Steel — Determination of silicon content — Inductively coupled plasma
atomic emission spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 17055:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002>



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/TR 17055:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002>

© ISO 2002

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 du 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

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

Exceptionnellement, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique par exemple), il peut décider, à la majorité simple de ses membres, de publier un Rapport technique. Les Rapports techniques sont de nature purement informative et ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent Rapport technique 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.

L'ISO/TR 17055 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, Acier, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Les annexes A et B du présent Rapport technique sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 17055:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002>

Aciers — Dosage du silicium — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique spécifie une méthode de dosage du silicium dans les aciers par spectrométrie d'émission avec plasma induit par haute fréquence.

La méthode est applicable aux teneurs en silicium ayant une fraction massique comprise entre 0,02 % et 5 %.

La méthode utilise un étalonnage reposant sur un ajustement très étroit de la matrice des solutions d'étalonnage avec celle de l'échantillon et sur un encadrement étroit des teneurs autour de la concentration approchée en silicium de l'échantillon à analyser. Les concentrations de tous les éléments de l'échantillon doivent donc être connues par approximation. Si les concentrations ne sont pas connues, l'échantillon doit être analysé selon une méthode semi-quantitative.

Ce mode opératoire présente l'avantage de compenser automatiquement toutes les interférences possibles provenant de la matrice, ce qui assurera une grande exactitude. Ceci est très important pour les interférences spectrales qui peuvent être graves dans les alliages fortement alliés. Toutefois, toutes les interférences possibles doivent être maintenues à un niveau minimal. Il est donc indispensable que le spectromètre utilisé satisfasse aux critères de performances spécifiés dans la méthode pour les raies d'analyse choisies.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a672922-943e-496c-b124-1cdfce88d4d7/iso-tr-17055-2002>

2 Références

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

L'échantillon est mis en solution dans un mélange d'acides chlorhydrique, nitrique et fluorhydrique. Un étalon interne est ajouté et la solution est diluée à un volume connu. La solution est nébulisée dans un plasma induit par haute fréquence et l'intensité de la lumière émise par chaque élément est mesurée simultanément avec la lumière émise par l'étalon interne.

4 Réactifs

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

4.1 Acide fluorhydrique, HF, fraction massique de 40 %, ρ environ 1,14 g/ml

4.2 Acide chlorhydrique, HCl, ρ environ 1,19 g/ml

4.3 Acide nitrique, HNO₃, ρ environ 1,40 g/ml

4.4 Solution d'étalon interne, 1 000 mg/l

Choisir un élément approprié à ajouter comme étalon interne et préparer une solution de 1 000 mg/l.

4.5 Solution mère de silicium, 1 000 mg/l

Peser, à 0,001 g près, 0,5 g de silicium de grande pureté (fraction massique de 99,95 % min.) et dissoudre sans chauffer dans un mélange de 30 ml d'acide fluorhydrique (4.1) et de 3 ml d'acide nitrique (4.3). Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml en plastique. Compléter au repère avec de l'eau et homogénéiser. S'assurer que la température est identique à celle de l'étalonnage de la fiole jaugée.

4.6 Solution étalon de silicium, 100 mg/l

À l'aide d'une pipette calibrée, transvaser 25 ml de la solution mère de silicium (4.5) dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml étalonnée. Ajouter 25 ml d'acide fluorhydrique (4.1). Compléter au repère avec de l'eau et homogénéiser. S'assurer que la température est identique à celle de l'étalonnage de la fiole jaugée.

4.7 Solutions étalons d'éléments interférents

ISO/TR 17055:2002

Préparer des solutions étalons pour chaque élément représentant une fraction massique de plus de 1 % dans l'échantillon pour essai. Utiliser des éléments purs ou des oxydes ayant des teneurs en silicium de fractions massiques inférieures à 0,001 %.

5 Appareillage

Il convient d'utiliser du matériel courant de laboratoire ainsi que le matériel suivant.

5.1 Spectromètre d'émission

5.1.1 Généralités

Le spectromètre d'émission doit être équipé d'un plasma induit par haute fréquence (ICP) et d'un système de nébulisation résistant à l'acide fluorhydrique.

NOTE En cas d'utilisation d'un nébuliseur téflon, il est recommandé d'ajouter un surfactant afin d'éviter des retombées en pluie dues à une mauvaise humidification dans le nébuliseur. Il est également permis d'utiliser un nébuliseur en saphir sans surfactant.

Le spectromètre utilisé sera satisfaisant si, après optimisation selon 7.2.2 à 7.2.5, il satisfait aux critères de performances donnés de 5.1.3 à 5.1.6.

Le spectromètre peut être de type simultané ou séquentiel. Un spectromètre séquentiel peut être équipé d'un dispositif supplémentaire pour le mesurage simultané de l'étalon interne. Dans ce cas, le spectromètre séquentiel peut être utilisé avec la technique de l'étalon interne. Par contre, il convient de ne pas utiliser d'étalon interne si le spectromètre séquentiel n'est pas équipé de ce dispositif.

5.1.2 Raies d'analyse

Le présent Rapport technique ne spécifie pas de raie d'émission particulière. Il est recommandé d'utiliser l'une des raies données dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Raies d'analyse recommandées et éléments interférents

Élément	Longueur d'onde nm	Interférences
Si	251,61	Mo, Mn
Si	288,16	Cr

5.1.3 Résolution pratique minimale du spectromètre

Calculer la largeur de bande pour la longueur d'onde utilisée, y compris la raie pour l'étalon interne. Il convient que la largeur de bande soit inférieure à 0,030 nm.

5.1.4 Fidélité minimale à court terme

Calculer la fidélité à court terme. Il convient que l'écart-type ne dépasse pas 0,4 % des intensités absolues ou nettes moyennes.

5.1.5 Concentration maximale équivalente au bruit de fond et limite de détection

Calculer la concentration équivalente au bruit de fond (BEC) et la limite de détection (DL) pour la raie d'analyse dans une solution contenant uniquement l'analyte. Les valeurs doivent être inférieures à celles indiquées dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Concentration maximale équivalente au bruit de fond et limite de détection

Raie d'analyse	BEC maximale mg/l	DL maximale mg/l
Si	0,5	0,015

5.1.6 Linéarité du graphe

Il convient de contrôler la linéarité de la courbe d'étalonnage.

5.2 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE)

5.3 Fioles jaugées de 1 000 ml et 100 ml en polypropylène

De l'acide fluorhydrique étant utilisé dans cette méthode, remplacer toute la verrerie jaugée par un matériau résistant à l'acide fluorhydrique, comme le polypropylène. La verrerie jaugée doit être étalonnée conformément à l'ISO 648 ou l'ISO 1042, selon le cas.

6 Échantillonnage et échantillons

Effectuer l'échantillonnage et la préparation de l'échantillon pour laboratoire conformément à l'ISO 14284 ou à des normes nationales appropriées pour les aciers.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution d'échantillon pour essai, T_n

NOTE Aucune solution pour essai à blanc n'est préparée dans cette méthode. La raison en est que le mode opératoire tient compte des contaminations éventuelles dues aux réactifs utilisés. L'adjonction de tous les réactifs étant exactement identique dans les solutions d'étalonnage et dans la solution d'échantillon pour essai, une soustraction des teneurs dans une solution à blanc donnera des résultats erronés.

7.1.1 Peser, à 0,000 5 g près, environ 0,25 g d'échantillon pour essai et les introduire dans un bécher en PTFE (5.2) ou en PFA dont le fond est en graphite.

7.1.2 Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 2 ml d'acide nitrique (4.3) et 5 ml d'acide fluorhydrique (4.1). Chauffer jusqu'à dissolution complète.

7.1.3 Refroidir la solution et ajouter 10 ml d'eau pour dissoudre les sels.

7.1.4 Refroidir la solution à température ambiante et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.3). En cas d'utilisation d'un étalon interne, ajouter 1 ml de solution d'étalon interne (4.4). Il est vivement recommandé d'utiliser un type de distributeur automatique lors de l'adjonction de l'étalon interne, car il est très important que le volume ajouté soit parfaitement identique dans les diverses fioles.

7.1.5 Compléter au repère avec de l'eau et homogénéiser.

7.2 Préparation pour les mesurages spectrométriques

7.2.1 Démarrer le système de plasma à haute fréquence et le laisser fonctionner pendant au moins une heure avant de procéder à tout mesurage.

7.2.2 Optimiser l'instrument selon les instructions du fabricant.

7.2.3 Préparer le logiciel pour mesurer l'intensité, la valeur moyenne et l'écart-type relatif des raies choisies.

7.2.4 En cas d'utilisation d'un étalon interne, préparer le logiciel pour calculer le rapport entre l'intensité de l'analyte et l'intensité de l'étalon interne. L'intensité de l'analyte et l'intensité de l'étalon interne doivent être mesurées simultanément.

7.2.5 Contrôler le respect des exigences de performances de l'instrument données de 5.1.3 à 5.1.6.

7.3 Analyse préliminaire de la solution d'échantillon pour essai et analyse de la solution d'essai à blanc

7.3.1 Préparer une solution d'étalonnage, K_5 , correspondant à une concentration en silicium de 5 % en masse et à une matrice représentative de la solution d'échantillon pour essai. Préparer également une solution d'étalonnage à blanc, K_0 , de la même façon que la solution d'étalonnage mais sans silicium.

7.3.2 À l'aide d'une pipette, ajouter 12,5 ml de solution mère de silicium (4.5) dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.3) marquée K_5 .

7.3.3 Pour tous les éléments de matrice de concentrations supérieures à 1 % dans l'échantillon inconnu, ajouter, à l'aide des solutions étalons (4.7), la même quantité d'éléments de matrice (à 1 % près) à l'échantillon d'étalonnage.

7.3.4 Ajouter tous les éléments de matrice de 7.3.3 dans une deuxième fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.3) marquée K_0 .

7.3.5 Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 2 ml d'acide nitrique (4.3) et 5 ml d'acide fluorhydrique (4.1) dans les deux fioles, diluer avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.6 Mesurer les intensités absolues ou nettes pour les solutions K_0 et K_5 et tracer une droite d'étalonnage.

7.3.7 Mesurer les intensités absolues ou nettes pour la solution d'échantillon pour essai, T_n .

7.3.8 Calculer la concentration approchée de la solution d'échantillon pour essai à l'aide de la droite d'étalonnage.

7.4 Préparation des solutions d'étalonnage pour l'encadrement, K_{Ln} et K_{Hn}

Pour chaque échantillon, n , préparer comme suit deux échantillons d'étalonnage adaptés à la matrice, K_{Ln} et K_{Hn} , la concentration en silicium de K_{Ln} étant légèrement inférieure et celle de K_{Hn} légèrement supérieure à la concentration de l'échantillon inconnu:

- À partir du résultat obtenu en 7.3.8, calculer la quantité approximative de Si, m_s en milligrammes, dans la portion dissoute de 0,25 g d'échantillon inconnu. À l'aide d'une pipette étalonnée, ajouter une masse $m_s \times 0,75 < m_{Ln} < m_s \times 0,95$ de solution étalon de silicium (4.6) ou de solution mère de silicium (4.5), selon le cas, dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.3) marquée K_{Ln} et une masse $m_s \times 1,05 < m_{Ln} < m_s \times 1,25$ dans une autre fiole marquée K_{Hn} .
- Pour tous les éléments de matrice de concentrations supérieures à 1 % dans l'échantillon inconnu, ajouter, à l'aide des solutions étalons (4.7), la même quantité d'éléments de matrice, à 1 % près, aux échantillons d'étalonnage K_{Ln} et K_{Hn} .
- Procéder comme spécifié de 7.1.2 à 7.1.6.

7.5 Analyse des solutions pour essai

7.5.1 S'assurer que toutes les solutions, K_{Ln} , K_{Hn} et T_n , sont à la même température, à 1 °C près. Mesurer l'intensité absolue ou nette de la raie d'analyse, en commençant par la solution d'étalonnage la plus basse, K_{Ln} . Poursuivre avec la solution d'échantillon pour essai, T_n , puis avec la solution d'étalonnage la plus élevée, K_{Hn} . Répéter cette séquence trois fois et calculer respectivement les intensités moyennes I_{Ln} et I_{Hn} pour la solution d'étalonnage basse et haute et I_T pour la solution d'échantillon pour essai.

7.5.2 Tracer la courbe des intensités mesurées I_{Ln} et I_{Hn} en fonction de la quantité de Si, m_{Ln} et m_{Hn} , dans les solutions d'étalonnage. Déterminer la quantité m_T de Si dans la solution d'échantillon pour essai à partir de la droite d'étalonnage, à l'aide de l'intensité mesurée I_T .

8 Expression des résultats

8.1 Généralités

La teneur en silicium, C_{Si} , exprimée en pourcentage en masse, est alors obtenue selon la formule suivante:

$$C_{Si} = \frac{m_T \cdot 0,1}{m}$$

où

m_T est la quantité, exprimée en milligrammes, de l'élément dans la solution d'échantillon pour essai;

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