
Zinc et alliages de zinc —

Partie 2:

**Analyse par spectrométrie d'émission
optique avec source à plasma à couplage
inductif**

iTeh STANDARD PREVIEW

Zinc and zinc alloys —

(standards.iteh.ai)

*Part 2: Analysis by inductively coupled plasma optical emission
spectrometry*

ISO 3815-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1a57e5445dc/iso-3815-2-2005>



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 3815-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1a57e5445dc/iso-3815-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1a57e5445dc/iso-3815-2-2005>

© ISO 2005

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.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document 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 3815-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc*, sous-comité SC 1, *Méthodes d'échantillonnage et d'analyse du zinc et des alliages de zinc*.

Cette première édition de l'ISO 3815-2 annule et remplace l'ISO 3815:1976, qui a fait l'objet d'une révision technique.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1af57e5445de/iso-3815-2-2005)

L'ISO 3815 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Zinc et alliages de zinc*:

- *Partie 1: Analyse d'échantillons massifs par spectrométrie d'émission optique*
- *Partie 2: Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma à couplage inductif*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3815-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1af57e5445dc/iso-3815-2-2005>

Zinc et alliages de zinc —

Partie 2:

Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma à couplage inductif

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3815 spécifie des méthodes analytiques pour analyser la composition chimique du zinc et des alliages de zinc en conformité avec l'ISO 301 et l'ISO 752 par spectrométrie d'émission optique par plasma à couplage inductif.

La présente partie de l'ISO 3815 inclut des dispositions pour la préparation des solutions d'essai et des solutions d'étalonnage pour le zinc et les alliages de zinc.

Les domaines spécifiés pour chaque méthode peuvent être étendus et/ou adaptés, pour la détermination de faibles concentrations.

La présente partie de l'ISO 3815 peut s'appliquer à d'autres éléments (comme Ni, Cr et Ti). Néanmoins, de tels résultats doivent être contrôlés soigneusement en tenant compte des interférences, de la sensibilité, de la résolution et des critères de linéarité pour chaque instrument et pour chaque longueur d'onde.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 301, *Alliages de zinc en lingots destinés à la fonderie*

ISO 752:2004, *Zinc en lingots*

ISO 1169, *Alliages de zinc — Dosage de l'aluminium — Méthode titrimétrique*

ISO 20081:—¹⁾, *Zinc et alliages de zinc — Méthodes d'échantillonnage — Spécifications*

EN 988, *Zinc et alliages de zinc — Spécifications pour produits laminés plats pour le bâtiment*

EN 12844, *Zinc et alliages de zinc — Pièces moulées — Spécifications*

1) À publier.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 301, l'ISO 752, l'ISO 20081 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 spectrométrie d'émission optique par plasma à couplage inductif
mesure de l'intensité de rayonnements électromagnétiques émis par les composants d'un échantillon excité par un plasma

NOTE Un plasma est une source d'émission à haute température générée par un champ électromagnétique; il est composé d'un mélange d'atomes d'argon, d'ions d'argon et d'électrons. Les atomes de l'échantillon entrant dans le plasma émettent des rayonnements dans la partie visible du spectre, dont les longueurs d'onde spécifiques et les intensités sont utilisées respectivement pour identifier les éléments et en déterminer les concentrations. Les échantillons sont généralement présentés au plasma sous forme de solution.

4 Principe

Un échantillon du métal ou de l'alliage est mis en solution dans un mélange d'acides nitrique et tartrique et, après dilution adéquate et nébulisation de la solution dans un plasma à couplage inductif, la teneur des éléments particuliers est déterminée par spectrométrie d'émission optique.

5 Réactifs

Au cours de l'essai, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 5.1 Acide chlorhydrique**, $\rho = 1,19$ g/ml. [ISO 3815-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1a57e5445dc/iso-3815-2-2005)
- 5.2 Acide nitrique**, $\rho = 1,4$ g/ml. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba-1a57e5445dc/iso-3815-2-2005>
- 5.3 Acide tartrique**, solide.
- 5.4 Solution d'acide tartrique**, 25 g/l.
- 5.5 Zinc**, pureté 99,999 % (fraction massique), sans plomb, ni cadmium, fer, étain, cuivre, magnésium, nickel, chrome et titane.
- 5.6 Nitrate d'aluminium nonahydraté**, impuretés (métaux lourds): plomb, max. 0,002 %, fer, max. 0,001 %.
- 5.7 Mélange d'acide**

Dissoudre 1 g d'acide tartrique (5.3) dans environ 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 200 ml d'acide nitrique (5.2), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.8 Solution de zinc

Préparer une solution à 100 g/l par mise en solution de 100 g de zinc (5.5), pesés à 0,1 g près, dans un minimum d'acide nitrique, ajouté précautionneusement et par petites fractions. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l, ajouter 40 ml de solution d'acide tartrique (5.4) et, après refroidissement à température ambiante, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Il est recommandé de vérifier la pureté du zinc utilisé (absence des analytes). Si un élément est présent, déterminer sa concentration par la méthode des ajouts dosés et tenir compte de cette concentration dans la gamme d'étalonnage (voir 8.2).

5.9 Solutions étalons monoélémentaires

Préparer des solutions à 1 g/l de plomb, de cadmium, de fer, de cuivre, d'aluminium et de magnésium en mettant en solution 1 g de chacun de ces métaux, pesé à 0,001 g près, dans le mélange d'acide (5.7) et en complétant au volume avec ce mélange d'acide (5.7).

Préparer une solution à 1 g/l d'étain en ajoutant, avec précaution, 100 ml d'acide chlorhydrique (5.1) à 1 g d'étain pur. Quand la mise en solution est achevée, refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Par dilution, préparer des solutions étalons à 100 mg/l et à 10 mg/l si nécessaire (voir 8.2).

5.10 Solution étalon d'aluminium, à utiliser pour des alliages avec une teneur en aluminium > 3 % (fraction massique).

Préparer une solution à 50 g/l en dissolvant 695,2 g de nitrate d'aluminium nonahydraté (5.6), pesé à 0,1 g près, dans de l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l, ajouter 40 ml de solution d'acide tartrique (5.4), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

En prenant une aliquote appropriée, déterminer la teneur exacte en aluminium en utilisant la méthode normalisée selon l'ISO 1169.

5.11 Solution étalon interne

Peser 6,25 g de Y_2O_3 (oxyde d'yttrium, pour analyse), à 0,01 g près, et introduire dans une fiole jaugée de 5 l. Ajouter environ 2,5 l d'eau, 250 ml d'acide nitrique (5.2) et chauffer doucement jusqu'à dissolution. Refroidir à température ambiante, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

6 Échantillonnage

ISO 3815-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fda7d0fb-6c1d-43f4-89ba->

L'échantillonnage sera effectué conformément à l'ISO:20081:2005

7 Préparation des solutions d'essai

7.1 Prise d'essai

Peser 10 g de l'échantillon pour essai au 0,001 g près.

7.2 Préparation de la solution d'essai

Introduire la prise d'essai dans un bécher muni d'un verre de montre et la mettre en solution en ajoutant avec précaution 10 ml de la solution d'acide tartrique (5.4) et 50 ml d'acide nitrique (5.2).

On peut également dissoudre la prise d'essai dans 50 ml de mélange acide chlorhydrique-acide nitrique (45+1). Dans ce cas, la solution de zinc (5.8) et les solutions étalons (5.9) (5.10) sont aussi préparées de telle façon que les solutions d'étalonnage (8.2) en résultant aient une acidité identique à celle de la solution d'échantillon.

Après mise en solution, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml, ajouter 10 ml de la solution étalon interne (5.11) et, après refroidissement à température ambiante, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8 Mode opératoire de l'essai

8.1 Généralités

L'essai doit être effectué par spectrométrie d'émission optique avec source de plasma en utilisant les solutions d'essai préparées selon l'Article 7. Pour l'analyse des impuretés et des éléments d'alliages dans le zinc et les alliages de zinc définis dans l'ISO 301 et l'ISO 752 par spectromètre d'émission optique, différentes raies analytiques peuvent être utilisées. Une liste des longueurs d'onde des raies analytiques appropriées est donnée à l'Annexe A.

L'utilisation de l'une ou l'autre des différentes raies analytiques est fonction du programme analytique et du type de spectrophotomètre.

8.2 Étalonnage

L'appareil utilisé doit être en mesure de détecter et de déterminer tous les éléments spécifiés dans la norme de matériau appropriée (ISO 301 et ISO 752).

L'appareil doit être étalonné à des intervalles de temps raisonnables, conformément aux modes opératoires décrits dans le manuel d'utilisation.

Préparer les solutions d'étalonnage en tenant compte des spécifications du produit concernant la composition chimique, en conformité avec le Tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1 — Composition des solutions d'étalonnage du spectrophotomètre

Étalon de calibration n°	1	2	3	4	5	6	7
Élément d'alliage 1	0,8 <i>m</i>	<i>m</i>	$(3m+M)/4$	$(m+M)/2$	$(m+3M)/4$	<i>M</i>	1,2 <i>M</i>
Élément d'alliage 2	1,2 <i>M</i>	<i>M</i>	$(3+3M)/4$	$(m+M)/2$	$(3m+M)/4$	<i>m</i>	0,8 <i>m</i>
Élément d'alliage 3	$(3m+M)/4$	<i>m</i>	0,8 <i>m</i>	$(m+M)/2$	1,2 <i>M</i>	<i>M</i>	$(m+3M)/4$
Élément d'alliage 4	$(m+3M)/4$	<i>M</i>	1,2 <i>M</i>	$(m+M)/2$	0,8 <i>m</i>	<i>m</i>	$(3m+M)/4$
Élément d'impureté 1	blanc	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>
Élément d'impureté 2	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>	blanc
Élément d'impureté 3	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>	blanc	0,2 <i>L</i>
Élément d'impureté 4	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>	blanc	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>
Élément d'impureté 5	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>	blanc	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>
Élément d'impureté 6	1,2 <i>L</i>	1,5 <i>L</i>	blanc	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>
Élément d'impureté 7	1,5 <i>L</i>	blanc	0,2 <i>L</i>	0,5 <i>L</i>	0,8 <i>L</i>	<i>L</i>	1,2 <i>L</i>
Zn restant	(100–somme)						

m = teneur spécifiée minimale pour un élément d'alliage % (fraction massique)
M = teneur spécifiée maximale pour un élément d'alliage % (fraction massique)
L = teneur spécifiée maximale pour un élément d'impureté % (fraction massique)

Règles d'arrondissement:

- pour des teneurs > 1 % (fraction massique), 2 chiffres après la virgule, le dernier chiffre étant 5 ou 0;
- pour des teneurs < 1 % (fraction massique), arrondir à 2 chiffres significatifs, le dernier chiffre étant 5 ou 0.

Ne pas appliquer des règles d'arrondissement pour des teneurs < 0,001 5 % (fraction massique).

Dans chacune des sept fioles jaugées de 250 ml, transvaser des volumes appropriés (entre 1 ml et 50 ml) de la solution appropriée (5.8, 5.9, 5.10). Calculer chaque volume pour contenir la masse exacte de l'analyte pour donner une masse totale de 10 g, afin d'obtenir une lecture directe en % (fraction massique) conformément au Tableau 1. Ajouter 10 ml de la solution étalon interne (5.11), compléter au volume avec le mélange d'acide (5.7) et homogénéiser.

Utiliser des techniques de normalisation internes et des corrections basées sur l'expérience si ces techniques optimisent les courbes d'étalonnage. Le coefficient de corrélation de chaque courbe d'étalonnage doit être d'au moins 0,999.

Pour valider les courbes d'étalonnage, il est recommandé d'analyser un matériau de référence certifié (MRC), si disponible.

8.3 Méthode d'essai

En général, chaque échantillon pour essai doit être analysé au moins deux fois. Si un mauvais fonctionnement du spectromètre est soupçonné, effectuer des essais complémentaires.

8.4 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

Les résultats d'essais doivent être exprimés en fractions massiques, calculées comme la moyenne arithmétique de tous les résultats individuels valides de la séquence d'analyse selon 8.3. Un résultat douteux ne sera pas pris en compte dans le calcul.

Les résultats doivent être exprimés selon l'ISO 301, l'ISO 752, l'EN 12844 et l'EN 988.

8.5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les points suivants:

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) le résultat d'essai de chaque séquence effectuée selon 8.4;
- c) le nom du laboratoire ou de l'organisme où sont effectués les essais;
- d) la date du rapport d'essai;
- e) une référence à la présente partie de l'ISO 3815 (ISO 3815-2);
- f) la signature du chef du laboratoire ou de toute autre personne responsable.