
**Alliages de nickel — Dosage du
molybdène — Méthode par spectrométrie
d'émission atomique à plasma induit par
haute fréquence**

*Nickel alloys — Determination of molybdenum — Inductively coupled
plasma atomic emission spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11435:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-
eb9c11ae1391/iso-11435-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005)



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 11435:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-
eb9c11ae1391/iso-11435-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005)

© 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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Prélèvement et préparation des échantillons	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Prise d'essai	4
7.2 Préparation de la solution d'essai, T_{Mo}	4
7.3 Optimisation du spectromètre	5
7.4 Analyse préliminaire de la solution d'essai	5
7.5 Préparation des solutions étalon d'encadrement, $K_{I,Mo}$ et $K_{h,Mo}$	5
7.6 Mesurage des solutions d'essai	6
8 Expression des résultats	6
8.1 Méthode de calcul	6
8.2 Fidélité	6
8.3 Justesse	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Contrôle des performances d'un spectromètre d'émission atomique avec source de plasma induit par haute fréquence	9
Annexe B (informative) Longueurs d'onde suggérées et interférences spectrales possibles pour la détermination du molybdène par spectrométrie d'émission atomique avec source de plasma induit par haute fréquence	11
Annexe C (informative) Informations sur le programme d'essais	12

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 11435 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*, sous-comité SC 3, *Analyse du nickel, du ferro-nickel et des alliages de nickel*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11435:2005
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005>

Alliages de nickel — Dosage du molybdène — Méthode par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode, par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence, pour le dosage du molybdène entre 0,05 % et 20 % (fraction massique) dans les alliages de nickel.

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 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*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique et d'acide phosphorique, puis évaporation jusqu'à émission de fumées blanches avec un mélange d'acide phosphorique et d'acide perchlorique. Ajout d'acide fluorhydrique et, éventuellement, d'un élément «étalon de référence interne», puis dilution de la solution à un volume connu. Nébulisation de la solution dans un spectromètre d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence et mesurage de l'intensité de la lumière émise par le molybdène et, le cas échéant, de la lumière émise simultanément par l'élément «étalon de référence interne».

Des exemples, pour le molybdène, de longueur d'onde de mesure sont donnés dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Exemples, pour le molybdène, de longueur d'onde de mesure et d'éléments interférents

Élément	Longueur d'onde de mesure, nm	Éléments interférents
Molybdène	202,03	Ta
	281,61	Al, Hf

La méthode fait appel à un étalonnage établi sur la base d'une quasi-identité de la composition des solutions d'étalonnage et de la solution échantillon et d'un encadrement entre 0,75 et 1,25 (fraction massique) de la teneur supposée en molybdène dans l'échantillon à analyser. La concentration de chacun des autres éléments présents dans l'échantillon doit donc être connue approximativement. Si ces concentrations ne sont pas connues, l'échantillon doit être analysé par le biais d'une méthode semi-quantitative. L'avantage du mode opératoire présenté ici est que toutes les interférences possibles de la matrice seront automatiquement compensées, ce qui confère une grande exactitude. Cela est particulièrement crucial lorsqu'il s'agit d'interférences spectrales, qui peuvent être très importantes dans le cas de compositions hautement alliées. Toutes les interférences possibles doivent être maintenues à un niveau minimal. De ce fait, il est fondamental que le spectromètre utilisé réponde aux critères de performance spécifiés dans la méthode, pour les longueurs d'onde de mesure retenues.

Deux longueurs d'onde de mesure ont fait l'objet d'une étude approfondie (voir Annexe B). Les interférences les plus importantes qui existent sont reportées dans le Tableau 1. Si l'utilisation d'autres longueurs d'onde de mesure est envisagée, un examen systématique doit être préalablement mené pour que les interférences éventuelles ne soient pas plus élevées que les valeurs répertoriées dans l'Annexe B. Il convient que la longueur d'onde de mesure correspondant à l'élément «étalon de référence interne» soit précautionneusement choisie. Il est recommandé d'utiliser le scandium à 363,07 nm. Cette longueur d'onde d'émission ne présente aucune interférence due aux teneurs des différents éléments habituellement présents dans la composition des différentes nuances d'alliages de nickel.

NOTE L'utilisation d'un «étalon de référence interne» n'est pas indispensable, puisque aucune différence significative n'a été décelée entre les laboratoires ayant opéré avec ou sans un «étalon de référence interne».

4 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW

Au cours de l'analyse et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2 conformément aux spécifications de l'ISO 3696:1987.

4.1 Acide fluorhydrique, HF, 40 % (fraction massique), $\rho = 1,14$ g/ml, ou 50 % (fraction massique), $\rho = 1,17$ g/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est extrêmement irritant et corrosif pour la peau et pour les muqueuses et provoque de graves brûlures qui sont très lentes à guérir. En cas de contact avec la peau, rincer abondamment avec de l'eau, appliquer une pommade en gel contenant 2,5 % (fraction massique) de gluconate de calcium, et consulter un médecin sans tarder.

4.2 Acide chlorhydrique, HCl, $\rho = 1,19$ g/ml.

4.3 Acide nitrique, HNO₃, $\rho = 1,40$ g/ml.

4.4 Acide phosphorique, H₃PO₄, $\rho = 1,70$ g/ml.

4.5 Acide perchlorique, HClO₄, 60 % (fraction massique), $\rho = 1,54$ g/ml, ou 70 % (fraction massique), $\rho = 1,67$ g/ml.

4.6 Solution «étalon de référence interne» à 100 mg/l.

Choisir un élément approprié, à ajouter comme «étalon de référence interne», et préparer une solution à 100 mg/l.

4.7 Solution étalon de molybdène à 10 g/l.

Peser, à 0,000 5 g près, 1 g de molybdène de haute pureté [99,95 % min. (fraction massique)], l'introduire dans un bécher de 250 ml, et le mettre en solution par un mélange de 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et de 10 ml d'acide nitrique (4.3).

Refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 1 ml de cette solution contient 10 mg de molybdène.

4.8 Solution étalon de molybdène à 1 g/l.

À l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette), introduire 10 ml de la solution étalon de molybdène (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 1 ml de cette solution contient 1 mg de molybdène.

4.9 Solution étalon de molybdène à 100 mg/l.

À l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette), introduire 10 ml de la solution étalon de molybdène (4.8) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 1 ml de cette solution contient 0,1 mg de molybdène.

4.10 Solutions étalons des éléments interférents

Préparer des solutions étalons correspondant à chacun des éléments présents dans l'échantillon à analyser dont la teneur est supérieure à 1 % (fraction massique). Utiliser des métaux purs ou d'autres produits chimiques purs ayant une teneur en molybdène inférieure à 10 µg/g (fraction massique).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A et étalonnée, conformément à l'ISO 648:1977 ou à l'ISO 1042:1998, selon le cas. standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae2de1b2-e85f-43fe-ae72-eb9c11ae1391/iso-11435-2005

Matériel courant de laboratoire plus:

5.1 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

5.2 Fioles jaugées de 100 ml en polypropylène, étalonnées conformément à l'ISO 1042.

5.3 Spectromètre d'émission atomique (SEA).

Le spectromètre doit être équipé d'une source de plasma induit et d'un système de nébulisation résistant à l'acide fluorhydrique. L'équipement utilisé s'avérera satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.3, il remplit les critères de performance suivants.

Le spectromètre peut être de type simultané ou de type séquentiel. Si un spectromètre séquentiel peut être équipé d'un dispositif supplémentaire pour mesurer simultanément l'intensité correspondant à l'«étalon de référence interne», il peut être utilisé avec l'étalon en question. S'il n'est pas équipé de ce dispositif, aucun «étalon de référence interne» ne peut être utilisé et il convient alors de mettre en œuvre une technique de mesure sans «étalon de référence interne».

5.3.1 Résolution pratique du spectromètre séquentiel

Calculer la largeur de bande (largeur à mi-hauteur), conformément à A.2, pour la raie analytique utilisée et pour la raie de mesure de l'«étalon de référence interne». La largeur de bande doit être inférieure à 0,030 nm.

5.3.2 Stabilité à court terme

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 en molybdène, conformément à A.3. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 0,4 %.

5.3.3 Concentration équivalente au bruit de fond

Calculer la concentration équivalente au bruit de fond (BEC), selon A.4, caractérisant la longueur d'onde retenue, en utilisant une solution ne contenant que l'élément à analyser. La valeur maximale pour le BEC doit être de 0,4 mg/l.

6 Prélèvement et préparation des échantillons

6.1 Le prélèvement et la préparation des échantillons à soumettre à essai doivent être effectués selon des modes opératoires reconnus ou, en cas de litige, conformément à la Norme internationale appropriée.

6.2 En principe, l'échantillon à soumettre à essai se présente sous la forme de tournures ou de fraises, et aucune autre préparation mécanique n'est nécessaire.

6.3 L'échantillon à soumettre à essai doit être nettoyé par lavage avec de l'acétone pure, puis séché à l'air.

6.4 Si des outils à base d'alliages brasés sont utilisés lors de la préparation de l'échantillon pour essai, l'échantillon doit tout d'abord être nettoyé par un décapage de quelques minutes dans de l'acide nitrique dilué à 15 % (fraction massique) et il doit ensuite être lavé à plusieurs reprises avec de l'eau distillée, puis rincé à l'acétone pure et séché à l'air.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 5 g près, 0,25 g d'échantillon à soumettre à essai.

7.2 Préparation de la solution d'essai, T_{Mo}

7.2.1 Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 200 ml en Pyrex.

NOTE Il est également possible d'utiliser un bécher en PTFE ou en PFA ayant une base en graphite et muni d'un couvercle. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire de transvaser la solution dans une autre bécher en PTFE après évaporation jusqu'à émission de fumées blanches (7.2.2).

7.2.2 Ajouter 30 ml de HCl (4.2), 3 ml de HNO₃ (4.3) et 2,5 ml de H₃PO₄ (4.4). Laisser la mise en solution s'amorcer à la température ambiante. Si nécessaire, chauffer pour parfaire la mise en solution. Ajouter 7,5 ml de HClO₄ (4.5) et chauffer jusqu'à émission de fumées blanches perchloriques. Maintenir à ce stade pendant 2 min à 3 min (les fumées blanches doivent se rassembler dans le haut de la fiole conique).

Dans les cas où les mises en solution complètes sont difficiles à obtenir, il est possible d'ajouter 5 ml de HF (4.1), en même temps que le HCl (4.2), le HNO₃ (4.3) et le H₃PO₄ (4.4). Dans de tels cas, il convient d'utiliser des béchers en PTFE ou en PFA.

7.2.3 Refroidir la solution et ajouter 10 ml d'eau pour dissoudre les sels. Des résidus peuvent ne pas se dissoudre. Transvaser quantitativement la solution et les éventuels résidus, dans un bécher de 100 ml en PTFE. Ajouter 2 ml de HF (4.1). Chauffer modérément pendant environ 20 min jusqu'à dissolution complète de tous les résidus.

7.2.4 Refroidir la solution à température ambiante et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml (5.2), en polypropylène. Si on utilise un «étalon de référence interne», ajouter un volume adapté de cette solution, à l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette): par exemple, 10 ml de la solution d'«étalon de référence interne» (4.6).

7.2.5 Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3 Optimisation du spectromètre

7.3.1 Mettre l'appareillage en fonctionnement et le laisser se stabiliser pendant au moins 30 min avant d'entreprendre les mesurages.

7.3.2 Optimiser l'instrument en suivant les instructions du fabricant.

7.3.3 Préparer les logiciels associés de manière à pouvoir mesurer l'intensité, la valeur moyenne et l'écart-type relatif aux longueurs d'onde sélectionnées.

7.3.4 Si l'on utilise un «étalon de référence interne», préparer les logiciels associés pour calculer le rapport entre l'intensité de l'élément à analyser et l'intensité de l'«étalon de référence interne». L'intensité de celui-ci doit être mesurée en même temps que l'intensité correspondant à l'analyte.

7.3.5 Contrôler les exigences de performance de l'appareillage selon 5.3.1 à 5.3.3.

7.4 Analyse préliminaire de la solution d'essai

Préparer une solution d'étalonnage, K_{20} , correspondant à une concentration en molybdène de 20 % (fraction massique) et ayant une composition de matrice identique à celle de la solution d'essai, telle que décrite en 7.4.1 à 7.4.7.

7.4.1 À l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette), introduire 5 ml de la solution étalon de molybdène (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.2) repérée K_{20} .

7.4.2 Ajouter dans cette fiole K_{20} les volumes des solutions étalons (4.10) nécessaires à la reconstitution de la matrice de l'échantillon à soumettre à essai pour chacun des éléments présents à une concentration supérieure à 1 % (fraction massique).

Il convient que la reconstitution de la matrice soit faite à 1 % près.

7.4.3 Ajouter 2,5 ml de H_3PO_4 (4.4) et 7,5 ml de $HClO_4$ (4.5), ainsi que 10 ml de la solution de l'«étalon de référence interne» (4.6). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.4 Préparer également un terme zéro d'étalonnage, K_0 , de la même manière que la solution d'étalonnage K_{20} , mais en omettant l'ajout de molybdène.

7.4.5 Mesurer les intensités absolues, I_0 et I_{20} , correspondant aux solutions K_0 et K_{20} .

7.4.6 Mesurer l'intensité absolue, I_{TMo} , correspondant à la solution d'essai, T_{Mo} .

7.4.7 Déduire la teneur approximative en molybdène, K_{TMo} , en pourcent (fraction massique), présente dans la solution d'essai en utilisant l'expression suivante:

$$K_{Tn} = \frac{I_{TMo} (K_{20} - K_0)}{I_{20} - I_0} \quad (1)$$

7.5 Préparation des solutions étalon d'encadrement, $K_{l,Mo}$ et $K_{h,Mo}$

Pour chacune des solutions d'essai, T_{Mo} , préparer deux solutions d'étalonnage, $K_{l,Mo}$ et $K_{h,Mo}$, de matrice identique à celle de la solution d'essai et contenant, pour $K_{l,Mo}$, une concentration en molybdène légèrement plus faible, et, pour $K_{h,Mo}$, une concentration en molybdène légèrement plus élevée, par rapport à la concentration encore inconnue de la solution d'essai, selon le mode opératoire suivant:

7.5.1 À l'aide de pipettes jaugées (ou d'une burette), introduire la solution étalon de molybdène (4.8) ou (4.9) dans une fiole conique de 200 ml en Pyrex, repérée $K_{l,Mo}$, de sorte que la teneur en molybdène, $K_{l,Mo}$, en pourcent (fraction massique), soit approximativement telle que $K_{TMo} \times 0,75 < K_{l,Mo} < K_{TMo} \times 0,95$. Dans le cas où l'on utilise une pipette jaugée, $K_{l,Mo}$ doit être fixé de manière à correspondre à un volume facile à prélever.