

---

---

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

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

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 22033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-  
a699f8eb5186/iso-22033-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011)



## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	3
6 <b>Prélèvement et préparation des échantillons</b> .....	4
7 <b>Mode opératoire</b> .....	4
7.1 <b>Prise d'essai</b> .....	4
7.2 <b>Préparation de la solution d'essai, <math>T_{Nb}</math></b> .....	4
7.3 <b>Optimisation du spectromètre</b> .....	5
7.4 <b>Analyse préliminaire de la solution d'essai</b> .....	5
7.5 <b>Préparation des solutions étalons d'encadrement, <math>K_{l,Nb}</math> et <math>K_{h,Nb}</math></b> .....	5
7.6 <b>Mesurage des solutions d'essai</b> .....	6
8 <b>Expression des résultats</b> .....	6
8.1 <b>Méthode de calcul</b> .....	6
8.2 <b>Fidélité</b> .....	6
8.3 <b>Justesse</b> .....	7
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	7
<b>Annexe A (normative) Contrôle des performances d'un spectromètre d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence</b> .....	9
<b>Annexe B (informative) Longueurs d'onde suggérées et interférences spectrales possibles pour la détermination du niobium par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence</b> .....	11
<b>Annexe C (informative) Informations relatives au programme d'essais</b> .....	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 22033 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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 22033:2005), dont elle constitue une révision mineure.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22033:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011>

# Alliages de nickel — Dosage du niobium — 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 niobium entre 0,1 % et 10 % (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 648:2008, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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 niobium et, le cas échéant, de la lumière émise simultanément par l'élément «étalon de référence interne».

Le Tableau 1 fournit des exemples de longueurs d'onde de mesure pour le niobium.

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 % (fractions massiques) de la teneur supposée en niobium 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 lui 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.

Les longueurs d'onde de mesure à 309,41 nm et à 316,34 nm ont fait l'objet d'une étude approfondie (voir Annexe B). Les interférences les plus importantes qui existent sont reportées dans le Tableau B.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.

Tableau 1 — Exemples de longueurs d'onde de mesure pour le niobium

Élément	Longueurs d'onde de mesure
	nm
Niobium	295,09
	309,41
	316,34
	319,11
	319,50

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.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**4 Réactifs**

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**, HNO<sub>3</sub>,  $\rho = 1,40$  g/ml.

**4.4 Acide phosphorique**, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>,  $\rho = 1,70$  g/ml.

**4.5 Acide perchlorique**, HClO<sub>4</sub>, 60 % (fraction massique),  $\rho = 1,54$  g/ml ou 70 % (fraction massique),  $\rho \approx 1,67$  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 niobium**, à 10 g/l.

Peser, à 0,000 5 g près, 1 g de niobium de haute pureté [99,9 % min. (fraction massique)] et le mettre en solution dans un mélange de 10 ml d'eau, 10 ml d'acide fluorhydrique (4.1) et 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 niobium.

#### 4.8 Solution étalon de niobium, à 1 g/l.

Peser, à 0,000 5 g près, 0,1 g de niobium de haute pureté [99,9 % min. (fraction massique)] et le mettre en solution dans un mélange de 10 ml d'eau, 10 ml d'acide fluorhydrique (4.1) et 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 1 mg de niobium.

#### 4.9 Solution étalon de niobium, à 100 mg/l.

À l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette), introduire 1 ml de la solution étalon de niobium (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique (4.1) et 10 ml d'acide nitrique (4.3). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

#### 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 niobium inférieure à 10 µg/g (fraction massique).

## 5 Appareillage

ISO 22033:2011  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-6098eb5186/iso-22033-2011>

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A et étalonnée conformément à l'ISO 648:2008 ou à l'ISO 1042:1998, selon le cas.

Utiliser du matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

### 5.1 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

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

### 5.3 Spectromètre d'émission atomique (AES)

#### 5.3.1 Généralités

Le spectromètre doit être équipé d'une source de plasma induit par haute fréquence (ICP) et d'un système de nébulisation résistant à l'acide fluorhydrique. L'équipement ICP/AES utilisé s'avérera satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.3, il remplit les critères de performance indiqués de 5.3.2 à 5.3.4.

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».

#### 5.3.2 Résolution pratique du spectromètre séquentiel

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

### 5.3.3 Stabilité à court terme

Calculer l'écart-type de dix mesurages de l'intensité absolue ou du rapport d'intensité de la lumière émise par la solution d'étalonnage la plus concentrée en niobium, conformément à A.3. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 0,5 %.

### 5.3.4 Concentration équivalente au bruit de fond

Calculer la concentration équivalente au bruit de fond (BEC), conformément à A.4, caractérisant la longueur d'onde retenue, en utilisant une solution ne contenant que l'élément à analyser. La valeur maximale pour la BEC doit être de 0,5 mg/l.

## 6 Prélèvement et préparation des échantillons

6.1 Le prélèvement et la préparation des échantillons pour laboratoire 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 pour laboratoire se présente sous la forme de tournures ou de fraises et aucune autre préparation mécanique n'est à effectuer.

6.3 L'échantillon pour laboratoire 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 laboratoire, celui-ci doit tout d'abord être nettoyé par un décapage de quelques minutes dans de l'acide nitrique dilué à 15 % (fraction massique). Il doit ensuite être lavé à plusieurs reprises avec de l'eau distillée, puis rincé avec de l'acétone pure et séché à l'air.

ISO 22033:2011

7 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/befa10cb-2536-4fcf-a228-a699f8eb5186/iso-22033-2011>

### 7.1 Prise d'essai

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

### 7.2 Préparation de la solution d'essai, T<sub>Nb</sub>

Il convient d'utiliser des béchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou en perfluoroalkoxy (PFA) lors de l'utilisation de HF (4.1).

7.2.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher en PTFE ou en PFA ayant une base en graphite.

7.2.2 Ajouter 5 ml de HF (4.1), 30 ml de HCl (4.2) et 3 ml de HNO<sub>3</sub> (4.3) et laisser la mise en solution se dérouler à température ambiante. Ajouter ensuite 2,5 ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (4.4) et, si nécessaire, chauffer pour parfaire la mise en solution. Ajouter 7,5 ml de HClO<sub>4</sub> (4.5) et chauffer jusqu'à émission de fumées blanches perchloriques. Maintenir à ce stade pendant 2 min à 3 min.

7.2.3 Refroidir la solution et ajouter 10 ml d'eau pour dissoudre les sels. Des résidus peuvent ne pas se dissoudre. Dans ce cas, ajouter 2 ml de HF (4.1) et chauffer modérément pendant environ 20 min jusqu'à dissolution complète de tous les résidus.

NOTE Mode opératoire alternatif pour la mise en solution différent de celui donné en 7.2.2 et 7.2.3.

Ajouter 30 ml de HCl (4.2), 3 ml de HNO<sub>3</sub> (4.3) et 5 ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (4.4) et laisser la mise en solution s'amorcer à température ambiante. Si nécessaire, chauffer pour parfaire la mise en solution. Ajouter 2 ml de HF (4.1) et 5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( $\rho = 1,84\text{g/ml}$ ) et chauffer jusqu'à émission de fumées blanches sulfuriques. Refroidir la solution et ajouter 10 ml d'eau pour dissoudre les sels. Chauffer modérément jusqu'à ce que tous les résidus soient entièrement mis en solution.



**7.2.4** Refroidir la solution à température ambiante et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène. Si un «étalon de référence interne» (4.6) est utilisé, ajouter 10 ml de cette solution à l'aide d'une pipette jaugée.

**7.2.5** Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Effectuer les mesurages aussi vite que possible.

### 7.3 Optimisation du spectromètre

**7.3.1** Mettre l'ICP/AES 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 un «étalon de référence interne» est utilisé, 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 simultanément à celle correspondant à l'analyte.

**7.3.5** Contrôler les exigences de performance de l'appareillage données en 5.3.2 à 5.3.4.

### 7.4 Analyse préliminaire de la solution d'essai

Préparer une solution d'étalonnage,  $K_{10}$ , correspondant à une fraction massique de niobium de 10 % et ayant une composition de matrice identique à celle de la solution d'essai, comme décrit ci-après.

**7.4.1** À l'aide d'une pipette jaugée (ou d'une burette), introduire 2,5 ml de la solution étalon de niobium (4.7) dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (5.2) repérée  $K_{10}$ .

**7.4.2** Ajouter dans cette fiole  $K_{10}$  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 dont la fraction massique est supérieure à 1 %. 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  $K_{10}$ , mais en omettant l'ajout de niobium.

**7.4.5** Mesurer les intensités absolues ( $I_0$  et  $I_{10}$ ) des solutions  $K_0$  et  $K_{10}$ .

**7.4.6** Mesurer l'intensité absolue  $I_{TNb}$  correspondant à la solution d'essai  $T_{Nb}$ .

**7.4.7** Calculer la fraction massique approximative de niobium,  $w_{TNb}$ , en pourcentage, dans la solution d'essai à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{TNb} = \frac{I_{TNb} (K_{10} - K_0)}{I_{10} - I_0}$$

### 7.5 Préparation des solutions étalons d'encadrement, $K_{l,Nb}$ et $K_{h,Nb}$

Pour chacune des solutions d'essai,  $T_{Nb}$ , préparer deux solutions d'étalonnage,  $K_{l,Nb}$  et  $K_{h,Nb}$ , de matrice identique à celle de la solution d'essai et contenant, pour  $K_{l,Nb}$ , une fraction massique de niobium légèrement