
**Alliages de nickel — Analyse par
spectrométrie d'absorption atomique
dans la flamme —**

**Partie 1:
Détermination du cobalt, du chrome,
du cuivre, du fer et du manganèse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —
Part 1: Determination of cobalt, chromium, copper, iron and
manganese*

ISO 7530-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à 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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	4
6 Prélèvement et préparation des échantillons	4
7 Mode opératoire	5
7.1 Prise d'essai.....	5
7.2 Essai à blanc.....	5
7.3 Mise en solution.....	5
7.4 Détermination du cobalt.....	5
7.4.1 Préparation de la solution pour essai.....	5
7.4.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	6
7.5 Détermination du chrome.....	7
7.5.1 Préparation de la solution pour essai.....	7
7.5.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	8
7.6 Détermination du cuivre.....	9
7.6.1 Préparation de la solution pour essai.....	9
7.6.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	10
7.7 Détermination du fer.....	11
7.7.1 Préparation de la solution pour essai.....	11
7.7.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	12
7.8 Détermination du manganèse.....	13
7.8.1 Préparation de la solution pour essai.....	13
7.8.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	14
7.9 Réglage du spectromètre d'absorption atomique.....	15
7.10 Mesurages spectrométriques.....	16
7.11 Courbes d'étalonnage.....	16
7.12 Expression des résultats.....	16
7.13 Fidélité.....	17
7.13.1 Généralités.....	17
7.13.2 Fidélité pour le cobalt.....	17
7.13.3 Fidélité pour le chrome.....	18
7.13.4 Fidélité pour le cuivre.....	18
7.13.5 Fidélité pour le fer.....	18
7.13.6 Fidélité pour le manganèse.....	18
8 Rapport d'essai	19
Annexe A (normative) Procédures de vérification des critères instrumentaux	20
Bibliographie	23

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76b4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

Cette deuxième édition de l'ISO 7530-1 annule et remplace l'ISO 7530-1:1990, l'ISO 7530-2:1990, l'ISO 7530-3:1990, l'ISO 7530-4:1990, l'ISO 7530-5:1990 et l'ISO 7530-6:1990, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 7530 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*:

- *Partie 1: Détermination du cobalt, du chrome, du cuivre, du fer et du manganèse*
- *Partie 7: Dosage de l'aluminium*
- *Partie 8: Dosage du silicium*
- *Partie 9: Dosage du vanadium*

Introduction

La présente partie de l'ISO 7530 décrit cinq méthodes par absorption atomique dans la flamme pour la détermination du cobalt, du chrome, du cuivre, du fer et du manganèse dans les alliages de nickel.

Bien que les méthodes d'analyse fassent l'objet de descriptions indépendantes, il est possible de déterminer plusieurs éléments avec la même solution pour essai si l'on ajuste la masse d'échantillon et les dilutions initiales et subséquentes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7530-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7530-1:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-dd8ce9142e8e/iso-7530-1-2015>

Alliages de nickel — Analyse par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

Partie 1:

Détermination du cobalt, du chrome, du cuivre, du fer et du manganèse

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7530 décrit des méthodes par absorption atomique dans la flamme pour la détermination du cobalt, du chrome, du cuivre, du fer et du manganèse dans les alliages de nickel qui peuvent être mis en solution dans le mélange d'acides nitrique et chlorhydrique spécifié.

Pour chaque élément, la méthode s'applique au domaine de teneurs compris entre 0,01 % et 4 %.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes* ISO 7530-1:2015
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7bb4c07a-78dd-4121-a0b4-d18ee0142e8a/iso-7530-1-2015>

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume* ISO 7530-1:2015

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

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides nitrique et chlorhydrique, évaporation des acides en excès et reprise des sels.

Ajout d'un suppresseur d'ionisation, si nécessaire, et dilution de la solution à un volume connu.

Nébulisation de la solution, après dilution appropriée si nécessaire, dans une flamme air/ acétylène ou protoxyde d'azote/acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesure de l'absorption de l'énergie de la raie de résonance du spectre de l'élément à déterminer et comparaison de celle-ci à celles de solutions d'étalonnage du même élément.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau ayant une pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique, (HNO₃) $\rho_{20} = 1,41$ g/ml.

4.2 Acide nitrique dilué, 1 + 1.

Ajouter 500 ml d'acide nitrique (4.1) à 500 ml d'eau.

4.3 Acide chlorhydrique, (HCl) $\rho_{20} = 1,18$ g/ml.

4.4 Acide chlorhydrique dilué, 1 + 1.

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique (4.3) à 500 ml d'eau.

4.5 Mélange d'acides nitrique et chlorhydrique.

ATTENTION — Ce mélange acide est très corrosif et instable. Des gaz toxiques (chlore) sont libérés. Il doit être préparé sous une hotte et ne doit pas être conservé dans des flacons fermés.

Mélanger précautionneusement une partie d'acide nitrique (4.2) et trois parties d'acide chlorhydrique (4.3). Ce mélange n'est pas stable et il convient de le préparer au fur et à mesure des besoins.

4.6 Solution de chlorure de strontium.

Introduire dans un bécher de 600 ml, 113,5 g de chlorure de strontium hexahydraté ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) et les dissoudre dans 400 ml d'eau chaude (50 °C à 60 °C). Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.7 Peroxyde d'hydrogène, solution à 300 g/l.

4.8 Solution étalon de cobalt, 1,000 g/l.

Peser 1 g \pm 0,001 g de cobalt ($\text{Co} \geq 99,9$ %) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.4), couvrir d'un verre de montre et chauffer modérément jusqu'à mise en solution complète du cobalt. Refroidir à température ambiante, transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 35 ml d'acide chlorhydrique (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1,000 mg de cobalt.

4.9 Solution étalon de cobalt, 0,025 g/l.

Introduire 5,0 ml de la solution étalon de cobalt (4.8) dans une fiole jaugée de 200 ml et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,025 mg de cobalt.

4.10 Solution étalon de chrome, 1,000 g/l.

Peser 1 g \pm 0,001 g de chrome ($\text{Cr} \geq 99,9$ %) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.4), couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à mise en solution complète. Refroidir à température ambiante, transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 35 ml d'acide chlorhydrique (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1,000 mg de chrome.

4.11 Solution étalon de chrome, 0,100 g/l.

Introduire 20,0 ml de la solution étalon de chrome (4.10) dans une fiole jaugée de 200 ml et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,100 mg de chrome.

4.12 Solution étalon de cuivre, 1,000 g/l.

Peser $1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de cuivre ($\text{Cu} \geq 99,9 \%$) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 50 ml d'acide nitrique (4.2), couvrir d'un verre de montre et laisser reposer jusqu'à la fin de la réaction. Chauffer jusqu'à mise en solution complète, faire bouillir pour éliminer les oxydes d'azote et évaporer à siccité. Refroidir, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et évaporer à siccité. Ajouter à nouveau 25 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et répéter l'évaporation. Reprendre les sels par 50 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer si nécessaire. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1,000 mg de cuivre.

4.13 Solution étalon de cuivre, 0,100 g/l.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.12) dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,100 mg de cuivre.

4.14 Solution étalon de cuivre, 0,025 g/l.

Introduire 5,0 ml de la solution étalon de cuivre (4.12) dans une fiole jaugée de 200 ml et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,025 mg de cuivre.

4.15 Solution étalon de fer, 1,000 g/l.

Peser $1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de fer ($\text{Fe} \geq 99,9 \%$) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et couvrir d'un verre de montre. Chauffer pour amorcer la réaction et jusqu'à mise en solution complète. Refroidir, à environ $50 \text{ }^\circ\text{C}$, ajouter avec précaution 1 ml de peroxyde d'hydrogène (4.7) et porter à ébullition pour oxyder le fer. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajouter 35 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1,000 mg de fer.

4.16 Solution étalon de fer, 0,050 g/l.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de fer (4.15) dans une fiole jaugée de 200 ml et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,050 mg de fer.

4.17 Solution étalon de manganèse, 1,000 g/l.

Peser $1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de manganèse ($\text{Mn} \geq 99,9 \%$) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et 2 ml d'acide nitrique (4.1). Couvrir d'un verre de montre et chauffer pour amorcer la réaction et jusqu'à mise en solution complète. Ajouter 0,5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.7). Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1,000 mg de manganèse.

4.18 Solution étalon de manganèse, 0,100 g/l.

Introduire 10,0 ml de la solution étalon de manganèse (4.17) dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,100 mg de manganèse.

4.19 Solution étalon de manganèse, 0,010 g/l.

Introduire 5,0 ml de la solution étalon de manganèse (4.17) dans une fiole jaugée de 500 ml et ajouter 12,5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,010 mg de manganèse.

5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385, l'ISO 648 ou l'ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire et le matériel suivant.

5.1 Spectromètre d'absorption atomique

AVERTISSEMENT — Il convient de suivre scrupuleusement les recommandations du fabricant et une attention particulière doit être apportée aux points de sécurité suivants:

- la nature explosive de l'acétylène et les règlements concernant son utilisation;
- le besoin de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes teintées;
- le besoin de maintenir le brûleur exempt de dépôts car un brûleur encrassé peut produire des retours de flamme;
- le besoin de s'assurer que le siphon est rempli d'eau;
- le besoin de nébuliser de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé doit faire l'objet d'une vérification par rapport aux critères de fonctionnement indiqués à l'Annexe A.

L'appareil doit être équipé de brûleurs adaptés aux flammes air/acétylène et protoxyde d'azote/acétylène.

Il convient que l'appareil puisse utiliser des lampes à cathode creuse mono ou multiélémentaires, aux intensités de courant recommandées par leur fabricant.

6 Prélèvement et préparation des échantillons

Le prélèvement et la préparation des échantillons doivent s'effectuer suivant des procédures reconnues ou, en cas de litige, suivant des Normes internationales ou nationales appropriées.

L'échantillon pour laboratoire se présente normalement sous la forme de copeaux de fraisage ou de perçage, sans autre préparation ultérieure.

S'il est suspecté que l'échantillon pour laboratoire ait pu être contaminé par de l'huile ou de la graisse pendant le fraisage ou le perçage, il doit être nettoyé avec de l'acétone très pure, puis séché à l'air.

Si l'échantillon pour laboratoire contient des particules ou des morceaux de tailles très différentes, il convient que l'échantillon d'essai soit préparé au moyen d'un diviseur à lames.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser à 1 mg près 1,0 g d'échantillon d'essai.

7.2 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc en utilisant la même quantité de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination.

7.3 Mise en solution

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 600 ml. Ajouter 20 ml du mélange d'acides nitrique et chlorhydrique (4.5) et couvrir d'un verre de montre. Chauffer suffisamment pour amorcer la réaction et la maintenir jusqu'à mise en solution complète. Si l'alliage résiste à la mise en solution, procéder à quelques ajustements du mélange d'acides. Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.3) par portions de 1 ml et continuer à chauffer jusqu'à mise en solution de l'échantillon.

Évaporer la solution jusqu'à siccité en chauffant modérément. Ne pas calciner. Refroidir à 50 °C environ, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et évaporer à nouveau jusqu'à siccité. Ajouter à nouveau 25 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et répéter l'évaporation.

NOTE Certains alliages à fortes teneurs en cuivre peuvent facilement être mis en solution par de l'acide nitrique dilué (4.2). Pour certains autres, un mélange acide à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 2 ml d'acide nitrique (4.1) est plus efficace.

Si l'on soupçonne l'échantillon de ne pas être homogène, on peut prélever une masse supérieure d'échantillon pour l'analyse. Une partie aliquote correspondant à 1 g d'échantillon doit toutefois être prélevée à partir de cette solution d'essai et soumise ensuite au mode opératoire indiqué.

7.4 Détermination du cobalt

7.4.1 Préparation de la solution pour essai

Refroidir la solution (7.3) à environ 50 °C, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3), 20 ml d'eau et chauffer pour reprendre les sels. Refroidir à température ambiante.

Transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Éliminer les produits de l'hydrolyse par décantation et filtration à sec ou par centrifugation.

7.4.1.1 Teneurs en cobalt comprises entre 0,01 % et 0,10 %

Introduire 25 ml de la solution pour essai (7.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 4 ml de la solution de chlorure de strontium (4.6) et 4 ml d'acide chlorhydrique (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.1.2 Teneurs en cobalt comprises entre 0,1 % et 1 %

Introduire 2,5 ml de la solution pour essai (7.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 4 ml de la solution de chlorure de strontium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.1.3 Teneurs en cobalt comprises entre 1 % et 4 %

Introduire 5 ml de la solution pour essai (7.4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Introduire 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 4 ml de la solution de chlorure de strontium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.2 Préparation des solutions d'étalonnage

7.4.2.1 Teneurs en cobalt comprises entre 0,01 % et 0,10 %

Dans chacune d'une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de cobalt (4.9) figurant dans le Tableau 1. Ajouter 4 ml de la solution de chlorure de strontium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1 — Étalonnage pour les teneurs en cobalt comprises entre 0,01 % et 0,10 % (fraction massique)

Volume de la solution étalon de cobalt (4.9) (ml)	Masse de cobalt correspondante (mg)	Teneur en cobalt correspondante de l'échantillon (fraction massique)
0	0	0
1	0,025	0,01
2	0,050	0,02
4	0,100	0,04
6	0,150	0,06
8	0,200	0,08
10	0,250	0,10

7.4.2.2 Teneurs en cobalt comprises entre 0,1 % et 1 %

Dans chacune d'une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire les volumes de la solution étalon de cobalt (4.9) figurant dans le Tableau 2. Ajouter 4 ml de la solution de chlorure de strontium (4.6) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.