
**Alliages de nickel — Détermination du
tantale — Méthode par spectrométrie
d'émission optique avec source à
plasma induit par haute fréquence**

*Nickel alloys — Determination of tantalum — Inductively coupled
plasma optical emission spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23166:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/757a7d88-cb58-4a0f-83e2-8faaded58d15/iso-23166-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/757a7d88-cb58-4a0f-83e2-8faaded58d15/iso-23166-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23166:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/757a7d88-cb58-4a0f-83e2-8faaded58d15/iso-23166-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Prélèvement et préparation des échantillons	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Prise d'essai.....	4
8.2 Préparation de la solution pour essai, T_{TA}	4
8.3 Optimisation du spectromètre.....	5
8.4 Analyse préliminaire de la solution pour essai.....	5
8.5 Préparation des solutions d'étalonnage par encadrement, $K_{I,Ta}$ et $K_{h,Ta}$	6
8.6 Mesurage des solutions pour essai.....	6
9 Expression des résultats	6
9.1 Méthode de calcul.....	6
9.2 Fidélité.....	6
9.2.1 Essais interlaboratoires.....	6
9.2.2 Longueur d'onde de mesure.....	7
9.2.3 Évaluation statistique.....	7
9.3 Justesse.....	7
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Contrôle des performances d'un spectromètre d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence	9
Annexe B (informative) Informations sur le programme d'essais	11
Bibliographie	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 (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 attirée 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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 155, *Nickel et alliages de nickel*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Alliages de nickel — Détermination du tantale — Méthode par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des teneurs en tantale comprises entre 0,1 % et 5 % dans les alliages de nickel, par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange d'acides fluorhydrique, chlorhydrique, nitrique et phosphorique, puis chauffage jusqu'à émission de fumées après ajout d'acide perchlorique. Ajout d'acide fluorhydrique et, éventuellement, d'un élément de référence interne, puis dilution de la solution à un volume connu. Nébulisation de la solution dans un spectromètre d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence et mesurage de l'intensité de la lumière émise par le tantale et, le cas échéant, par l'élément de référence interne, simultanément.

Un exemple de longueur d'onde pour le tantale figure dans le [Tableau 1](#).

La méthode utilise un étalonnage basé sur une reconstitution de matrice très serrée des solutions d'étalonnage par rapport à l'échantillon et un encadrement entre 0,75 et 1,25 de la teneur approximative en tantale de l'échantillon à analyser. La teneur de tous les éléments de l'échantillon doit donc être connue approximativement. Si les teneurs ne sont pas connues, l'échantillon doit être analysé par une méthode semi-quantitative. L'avantage de ce mode opératoire est que toutes les interférences possibles de la matrice sont compensées, ce qui lui confère une grande exactitude. Cela est particulièrement crucial lorsqu'il s'agit d'interférences spectrales, qui peuvent être importantes dans les matrices très fortement alliées. Toutes les interférences possibles doivent être maintenues à un niveau minimal.

Par conséquent, il est essentiel d'utiliser un spectromètre qui satisfasse les critères de performance spécifiés dans la méthode pour les longueurs d'onde sélectionnées.

La raie correspondant à 240,06 nm a été investiguée. Si d'autres raies sont utilisées, elles doivent être vérifiées soigneusement. Il convient de choisir précautionneusement la longueur d'onde pour l'élément de référence interne. Il est recommandé d'utiliser le scandium à 363,07 nm. Cette longueur d'onde ne présente aucune interférence due aux éléments et teneurs généralement présents dans les alliages de nickel.

Tableau 1 — Exemple de longueur d'onde pour le tantale

Élément	Longueur d'onde	Interférences
Tantale	240,06	Co - Fe - Hf

NOTE L'utilisation d'un élément de référence interne n'est pas indispensable, puisqu'aucune différence significative n'a été décelée entre les laboratoires ayant opéré avec ou sans élément de référence interne lors de l'essai de fidélité (voir [9.2.2](#)).

5 Réactifs

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

5.1 Acide fluorhydrique, HF, $\rho = 1,14$ g/ml ou $\rho = 1,17$ g/ml.

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

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

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

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

5.5 Acide perchlorique, HClO₄, $\rho = 1,54$ g/ml ou $\rho = 1,67$ g/ml.

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général. L'utilisation de hottes (avec système de lavage à jets d'eau) est fortement recommandée lors de l'utilisation d'acide perchlorique.

5.6 Solution d'élément de référence interne, 100 mg/l.

Choisir un élément approprié à ajouter comme référence interne et en préparer une solution à 100 mg/l.

5.7 Solution étalon de tantale, 10 g/l.

Peser, à 0,001 g près, 1 g de tantale [99,9 % minimum (fraction massique)], l'introduire dans un bécher ([6.1](#)), couvrir d'un couvercle approprié et le mettre en solution par un mélange de 10 ml d'acide fluorhydrique ([5.1](#)) et de 10 ml d'acide nitrique ([5.3](#)).

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

1 ml de cette solution contient 10 mg de tantale.

5.8 Solution étalon de tantale, 1 g/l.

Peser, à 0,000 5 g près, 0,1 g de tantale [99,9 % minimum (fraction massique)], l'introduire dans un bécher (6.1), couvrir d'un couvercle approprié et le mettre en solution par un mélange de 10 ml d'acide fluorhydrique (5.1) et de 10 ml d'acide nitrique (5.3).

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

1 ml de cette solution contient 1 mg de tantale.

5.9 Solution étalon de tantale, 100 mg/l.

Introduire 10 ml de la solution étalon de tantale (5.8) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique (5.1) et 10 ml d'acide nitrique (5.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,1 mg de tantale.

5.10 Solutions étalon des éléments de matrice.

Préparer des solutions étalon correspondant à chacun des éléments dont la teneur est supérieure à 1 % dans l'échantillon pour essai. Utiliser des métaux purs ou des produits chimiques ayant une teneur en tantale inférieure à 10 µg/g.

6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Matériel courant de laboratoire, ainsi que ce qui suit.

6.1 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou bêchers en perfluoroalkoxy (PFA), de préférence avec une base en graphite.

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

6.3 Spectromètre d'émission optique, équipé d'une source à plasma induit par haute fréquence.

Celui-ci doit être équipé d'un système de nébulisation résistant à l'acide fluorhydrique. L'instrument utilisé s'avère satisfaisant si, après optimisation conformément à 8.3, il remplit les critères de performances du présent paragraphe.

Le spectromètre peut être soit simultané soit séquentiel. Si un spectromètre séquentiel peut être équipé d'un dispositif supplémentaire pour des mesurages simultanés de la longueur d'onde de l'élément de référence interne, on peut l'utiliser avec la méthode de référence interne. Si le spectromètre séquentiel n'est pas équipé avec ce dispositif, la référence interne ne peut être utilisée et il convient alors d'appliquer une méthode alternative sans élément de référence interne.

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

Calculer l'écart-type de 10 mesurages de l'intensité absolue ou du rapport d'intensités entre le tantale et l'élément de référence interne, en utilisant la solution d'étalonnage la plus concentrée en tantale, conformément à A.3. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 0,4 %.

Calculer la concentration équivalente au bruit de fond (BEC) conformément à A.4, pour la raie d'analyse, en utilisant une solution ne contenant que l'élément à analyser. Il convient que les valeurs maximales de BEC obtenues soient de 0,8 mg/l.

7 Prélèvement et préparation des échantillons

Le prélèvement et la préparation de l'échantillon pour essai doivent être effectués selon des modes opératoires reconnus ou, en cas de litige, conformément aux normes nationales appropriées.

En principe, l'échantillon pour essai se présente sous la forme de copeaux ou fraises. Aucune autre préparation n'est à effectuer.

En cas de suspicion de contamination de l'échantillon pour essai par de l'huile ou de la graisse issue des processus de fraisage ou de perçage, celui-ci doit être nettoyé avec de l'acétone de haute pureté puis séché à l'air.

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

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 0,25 g d'échantillon pour essai.

8.2 Préparation de la solution pour essai, T_{TA}

Un bécher en PTFE ou en PFA (6.1) doit être utilisé lors de l'utilisation d'acide fluorhydrique (5.1).

8.2.1 Introduire la prise d'essai dans un bécher en PTFE ou en PFA, ayant de préférence une base en graphite.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/757a7d88-cb58-4a0f-83e2-8faaded58d15/iso-23166-2018>

8.2.2 Ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (5.1), 30 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et 3 ml d'acide nitrique (5.3), couvrir d'un couvercle approprié et laisser la mise en solution de l'échantillon se dérouler pendant la nuit, à température ambiante. Ensuite, ajouter 2,5 ml d'acide phosphorique (5.4). Chauffer si nécessaire pour parfaire la mise en solution. Ajouter 7,5 ml d'acide perchlorique (5.5) et chauffer jusqu'à émission de fumées perchloriques. Maintenir les fumées pendant 2 min à 3 min.

NOTE 5 ml d'acide phosphorique (5.4) et 5 ml d'acide perchlorique (5.5) peuvent également être utilisés, au lieu de 2,5 ml d'acide phosphorique (5.4) et de 7,5 ml d'acide perchlorique (5.5).

8.2.3 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 d'acide fluorhydrique (5.1) et chauffer modérément pendant environ 20 min jusqu'à mise en solution complète de tous les résidus.

8.2.4 Le mode opératoire suivant est une mise en solution alternative à 8.2.2 et 8.2.3.

Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (5.2), 3 ml d'acide nitrique (5.3) et 5 ml d'acide phosphorique (5.4), ou 20 ml d'acide chlorhydrique (5.2), 10 ml d'acide nitrique (5.3) et 5 ml d'acide phosphorique (5.4). Couvrir d'un couvercle approprié et laisser la mise en solution s'amorcer à température ambiante. Chauffer si nécessaire pour parfaire la mise en solution. Ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et 5 ml d'acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml) et chauffer jusqu'à émission de fumées sulfuriques. Refroidir la solution et ajouter 10 ml d'eau pour dissoudre les sels. Chauffer modérément jusqu'à mise en solution complète de tous les résidus.

8.2.5 Refroidir la solution à la température ambiante et la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène. Si une solution d'élément de référence interne (5.6) est utilisée, ajouter 10 ml de cette solution.

8.2.6 Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Procéder au mesurage aussi rapidement que possible.

8.3 Optimisation du spectromètre

8.3.1 Démarrer le spectromètre d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence et le laisser se stabiliser conformément aux instructions du fabricant avant de commencer les mesurages.

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

8.3.3 Préparer le logiciel pour le mesurage de l'intensité et pour le calcul de la valeur moyenne et de l'écart-type relatif correspondant aux longueurs d'onde appropriées.

8.3.4 Si un élément de référence interne est utilisé, préparer le logiciel pour le calcul du rapport entre l'intensité de l'analyte et celle de l'élément de référence interne. L'intensité de l'élément de référence interne doit être mesurée en même temps que celle de l'analyte.

8.3.5 Vérifier les critères de performance de l'instrument indiqués en 6.3.

8.4 Analyse préliminaire de la solution pour essai

8.4.1 Préparer une solution d'étalonnage, K_x, ayant une composition de matrice identique à celle de la solution de l'échantillon pour essai, comme décrit ci-après.

8.4.2 Dans une fiole jaugée de 100 ml en polypropylène (6.2) repérée K_x, préparer une solution d'étalonnage K_x, correspondant à la teneur approximative en tantale de l'échantillon, en pourcentage, comme indiqué dans le [Tableau 2](#).

Tableau 2 — Analyse préliminaire de la solution pour essai

Teneur estimée %	K _x teneur équivalente %	K _x identification	Solution étalon de tantale	Volume de la solution étalon ml
0,10 à 1,0	1,0	K1	5.9	2,5
1,0 à 5,0	5,0	K5	5.9	12,5

8.4.3 Dans cette fiole jaugée K_x, ajouter les volumes des solutions étalon (5.10) nécessaires à la reconstitution de la matrice de l'échantillon pour essai, pour chacun des éléments dont la teneur est supérieure à 1 %.

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

8.4.4 Ajouter 2,5 ml d'acide phosphorique (5.4) et 7,5 ml d'acide perchlorique (5.5), ainsi que 10 ml de la solution d'élément de référence interne (5.6). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.4.5 Préparer également une solution de terme zéro, K₀, de la même manière que la solution d'étalonnage K_x, mais en omettant l'ajout de tantale.

8.4.6 Mesurer les intensités absolues (I_0 et I_x) correspondant aux solutions K₀ et K_x.

8.4.7 Mesurer l'intensité absolue $I_{T_{Ta}}$ correspondant à la solution pour essai T_{Ta}.