
**Aciers — Détermination des teneurs
en vanadium — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique
dans la flamme (SAAF)**

*Steel — Determination of vanadium content — Flame atomic
absorption spectrometric method (FAAS)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9647:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c24e3054-b782-45a6-8345-6497243229f6/iso-9647-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c24e3054-b782-45a6-8345-6497243229f6/iso-9647-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9647:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c24e3054-b782-45a6-8345-6497243229f6/iso-9647-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c24e3054-b782-45a6-8345-6497243229f6/iso-9647-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
6.1 Spectromètre d'absorption atomique.....	3
6.1.1 Fidélité minimale (voir Annexe C).....	3
6.1.2 Limite de détection (voir Annexe C).....	3
6.1.3 Linéarité de d'étalonnage (voir Annexe C).....	3
6.1.4 Concentration caractéristique (voir Annexe C).....	4
6.2 Equipement auxiliaire.....	4
7 Prélèvement	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Prise d'essai.....	4
8.2 Essai à blanc.....	4
8.3 Détermination.....	4
8.3.1 Préparation de la solution pour essai.....	4
8.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	4
8.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique.....	5
8.3.4 Mesurages spectrométriques.....	6
9 Expression des résultats	8
9.1 Utilisation de la courbe d'étalonnage.....	8
9.2 Utilisation de la méthode par encadrement.....	8
10 Fidélité	8
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international	10
Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité	13
Annexe C (normative) Modes opératoires pour la détermination des critères instrumentaux	14
Bibliographie	16

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, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, Sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9647:1989) qui a fait l'objet d'une révision technique. Par rapport à l'édition précédente, les changements significatifs sont les suivants:

- réévaluation complète des données de fidélité;
- modification du domaine d'application.

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.

Aciers — Détermination des teneurs en vanadium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF) pour la détermination des teneurs en vanadium dans l'acier.

La méthode est applicable aux teneurs en vanadium comprises entre 0,01 % (en masse) et 0,80 % (en masse), sous réserve que la teneur en tungstène dans une prise d'essai de 1,0 g ne soit pas supérieure à 1,0 % et/ou que la teneur en titane ne soit pas supérieure à 0,5 %.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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*

ISO 14284, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique*

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 par les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique.

Ajout d'une solution de chlorure d'aluminium comme tampon spectrochimique.

Nébulisation de la solution pour essai dans une flamme acétylène/protoxyde d'azote d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesurage spectrométrique de l'absorption atomique à la longueur d'onde de 318,4 nm de la raie spectrale émise par une lampe à cathode creuse de vanadium.

NOTE D'autres sources de rayonnement appropriées peuvent également être utilisées.

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, conformément à l'ISO 3696.

5.1 Fer pur, à teneur en vanadium inférieure à 0,000 5 % ou à teneur faible et connue en vanadium.

5.2 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml.

5.3 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml.

5.4 Acide perchlorique, ρ environ 1,67 g/ml.

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent produire des explosions en présence d'ammoniaque, de vapeurs nitreuses ou de matières organiques en général.

5.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.2) à 500 ml d'eau et homogénéiser.

5.6 Solution d'aluminium, 20 g/l.

Dissoudre 90 g de chlorure d'aluminium hexahydraté ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans environ 300 ml d'eau, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2), compléter à 500 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.7 Solution étalon de vanadium, 2,0 g/l.

5.7.1 Préparation à partir de vanadium métal

Peser ($1,000 \pm 0,001$) g de vanadium ($V \geq 99,9\%$) et l'introduire dans un bécher de 400 ml. Ajouter 30 ml d'un mélange de trois volumes d'acide chlorhydrique (5.2) et d'un volume d'acide nitrique (5.3).

Couvrir d'un verre de montre et, si nécessaire, chauffer modérément pour faciliter la mise en solution. Lorsque la mise en solution est complète, évaporer la solution juste avant siccité, puis ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.2).

Laisser refroidir à température ambiante et transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,0 mg de vanadium.

5.7.2 Préparation à partir de métavanadate d'ammonium

Sécher quelques grammes de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) (pureté > 99,9 %) dans une étuve consignée entre 100 °C et 105 °C, pendant une heure au moins, et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

NOTE Une température de séchage supérieure à 110 °C provoquera la décomposition du métavanadate d'ammonium. Respecter strictement la température de séchage indiquée.

Peser 2,296 g du produit sec, les introduire dans un bécher de 600 ml, ajouter environ 400 ml d'eau chaude et chauffer très modérément pour dissoudre le produit.

Laisser refroidir et transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,0 mg de vanadium.

5.8 Solution étalon de vanadium, 0,08 g/l.

Introduire 10,0 ml de solution étalon de vanadium (5.7) dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution immédiatement avant emploi.

1 ml de cette solution contient 0,08 mg de vanadium.

6 Appareillage

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

Outre du matériel courant de laboratoire, on doit utiliser ce qui suit.

6.1 Spectromètre d'absorption atomique

Le spectromètre doit être équipé d'une lampe à cathode creuse de vanadium et être alimenté en monoxyde de diazote et en acétylène suffisamment purs pour produire une flamme pauvre en combustible, claire et stable, et exempts d'eau, d'huile et de vanadium.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé sera satisfaisant si, après optimisation conformément à 8.3.3, la limite de détection et la concentration caractéristique sont raisonnablement en accord avec les valeurs données par le fabricant et si elles satisfont aux critères de performance donnés en 6.1.1 à 6.1.3.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme à l'exigence de performance supplémentaire décrite en 6.1.4.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.1 Fidélité minimale (voir Annexe C)

L'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée ne doit pas dépasser 1,0 % de l'absorbance moyenne de cette solution.

L'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution d'étalonnage la moins concentrée (en excluant le terme zéro) ne doit pas dépasser 0,5 % de l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage la plus concentrée.

6.1.2 Limite de détection (voir Annexe C)

La limite de détection est un nombre, exprimé en unités de concentration (ou en quantité), qui décrit le plus faible niveau de concentration (ou quantité) d'un élément dont il peut être déterminé qu'il est statistiquement différent d'un blanc analytique.

La limite de détection du vanadium dans une matrice similaire à la solution pour essai finale doit être inférieure à 0,3 µg/ml.

6.1.3 Linéarité de d'étalonnage (voir Annexe C)

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentration (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs du domaine de concentration, déterminée de la même manière.

Pour les instruments ayant des étalonnages automatiques, utilisant deux solutions d'étalonnage ou plus, il faut que les exigences susmentionnées pour la linéarité de la courbe d'étalonnage soient remplies, par lecture des absorbances, avant l'analyse.

6.1.4 Concentration caractéristique (voir [Annexe C](#))

La concentration caractéristique en vanadium dans une matrice similaire à la solution pour essai finale doit être supérieure à 1 µg/ml.

6.2 Equipement auxiliaire

L'expansion d'échelle peut être utilisée tant que le bruit observé est supérieur à l'erreur de lecture et est toujours recommandée pour des absorbances inférieures à 0,1. Si l'expansion d'échelle doit être utilisée et si l'instrument ne peut pas lire la valeur du coefficient d'expansion d'échelle, la valeur peut être calculée en mesurant une solution appropriée avec et sans expansion d'échelle puis en divisant les signaux obtenus.

7 Prélèvement

Effectuer le prélèvement conformément à l'ISO 14284 ou aux normes nationales appropriées pour les aciers.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

En fonction des teneurs présumées en vanadium, peser à 0,001 g près, une prise d'essai comme suit:

- a) pour les teneurs en vanadium comprises entre 0,01 % et moins de 0,20 %: une prise d'essai d'environ 1,00 g;
- b) pour les teneurs en vanadium comprises entre 0,2 % et 1,0 %: une prise d'essai d'environ 0,20 g.

8.2 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, effectuer un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, en incluant le fer pur ([5.1](#)) au lieu de la prise d'essai.

8.3 Détermination

8.3.1 Préparation de la solution pour essai

Introduire la prise d'essai ([8.1](#)) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique ([5.2](#)) et 4 ml d'acide nitrique ([5.3](#)) et couvrir le bécher d'un verre de montre. Après cessation d'effervescence, ajouter 10 ml d'acide perchlorique ([5.4](#)) et évaporer la solution jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique, puis enlever le verre de montre et évaporer jusqu'à ce que plus aucune fumée ne sorte du bécher.

Laisser refroidir, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique ([5.2](#)) et 20 ml d'eau, et chauffer modérément pour dissoudre les sels. Filtrer au travers d'un papier filtre à texture moyenne dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer avec de l'acide chlorhydrique chaud ([5.5](#)) et ajouter les fractions de rinçage dans la fiole.

Laisser refroidir, ajouter 10,0 ml de la solution d'aluminium ([5.6](#)), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.2.1 Teneurs en vanadium < 0,2 %

Introduire (1,00 ± 0,01) g de fer pur ([5.1](#)) dans une série de béchers de 250 ml, ajouter dans chaque bécher 10 ml d'acide chlorhydrique ([5.2](#)) et 4 ml d'acide nitrique ([5.3](#)) et couvrir d'un verre de montre.

Après cessation d'effervescence, laisser refroidir puis ajouter respectivement les volumes de solution étalon de vanadium (5.8) figurant dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage pour les teneurs en vanadium < 0,2 %

Volume de la solution étalon de vanadium (5.8)	Masse correspondante de vanadium
ml	mg
0 ^a	0
1,0	0,08
2,0	0,16
2,5	0,20
5,0	0,40
10,0	0,80
15,0	1,20
20,0	1,60
25,0	2,00

^a Terme zéro.

Procéder comme spécifié en [8.3.1](#), à partir de «...ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.4)...» (2^{ème} phrase du 1^{er} paragraphe) jusqu'à la fin.

8.3.2.2 Teneurs en vanadium comprises entre 0,2 % et 1,0 %

Introduire (0,20 ± 0,01) g de fer pur (5.1) dans une série de béchers de 250 ml, ajouter dans chaque bécher 10 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et 4 ml d'acide nitrique (5.3) et couvrir d'un verre de montre. Après cessation d'effervescence, laisser refroidir puis ajouter respectivement les volumes de solution étalon de vanadium (5.8) figurant dans le [Tableau 2](#).

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage pour les teneurs en vanadium comprises entre 0,2 % et 1,0 %

Volume de la solution étalon de vanadium (5.8)	Masse correspondante de vanadium
ml	mg
0 ^a	0
5,0	0,40
10,0	0,80
15,0	1,20
20,0	1,60
25,0	2,00

^a Terme zéro.

Procéder comme spécifié en [8.3.1](#), à partir de «...ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.4)...» (2^{ème} phrase du 1^{er} paragraphe) jusqu'à la fin.

8.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Installer la lampe à cathode creuse de vanadium (voir [6.1](#)) sur le spectromètre d'absorption atomique ([6.1](#)), mettre l'appareil sous tension et attendre qu'il se stabilise. Régler la longueur d'onde dans la région de 318,4 nm à la valeur minimale d'absorbance, si possible. En suivant les instructions du fabricant, installer le brûleur approprié, allumer la flamme, la régler de façon qu'elle ait l'apparence d'une plume rouge et régler la hauteur d'observation dans la flamme à 20 mm environ puis laisser la température du brûleur se stabiliser. En suivant scrupuleusement les instructions du fabricant concernant le débit minimal d'acétylène, nébuliser alternativement la solution d'étalonnage

la plus concentrée et le terme zéro, régler le débit des gaz et la position du brûleur (horizontalement, verticalement et latéralement) jusqu'à ce que la différence d'absorbance entre les solutions d'étalonnage atteigne une valeur maximale.

NOTE D'autres sources de rayonnement appropriées peuvent également être utilisées.

AVERTISSEMENT — Il convient de respecter scrupuleusement les recommandations du fabricant et de prêter une attention particulière aux points de sécurité suivants:

- a) la nature explosive de l'acétylène et les réglementations relatives à son utilisation;
- b) la nécessité de protéger les yeux de l'opérateur contre le rayonnement ultraviolet au moyen de verres teintés;
- c) la nécessité de préserver des dépôts la tête du brûleur, car un brûleur sévèrement obturé peut provoquer un retour de flamme;
- d) la nécessité de s'assurer que le piège à liquide est rempli d'eau;
- e) la nécessité de nébuliser systématiquement de l'eau entre les solutions pour essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.

Évaluer les critères indiqués en 6.1.1 à 6.1.3 et les exigences de performance supplémentaires données en 6.1.4 afin de s'assurer que l'appareil est adapté à la détermination.

8.3.4 Mesurages spectrométriques

8.3.4.1 Mesurage spectrométrique des solutions d'étalonnage

Nébuliser successivement dans la flamme la série concernée de solutions d'étalonnage (8.3.2.1 ou 8.3.2.2) en fonction de la teneur présumée en vanadium et mesurer l'absorbance de chaque solution. Veiller à maintenir le débit de nébulisation constant tout au long de l'acquisition de la courbe d'étalonnage. Nébuliser de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage, voir la note.

NOTE Pour certains types d'appareillage, il est préférable de remplacer l'eau par une solution contenant les réactifs d'attaque dans les mêmes concentrations que celles utilisées dans les solutions pour essai.

8.3.4.1.1 Courbes d'étalonnage

Soustraire la valeur d'absorbance moyenne obtenue pour la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro, des valeurs d'absorbance moyennes obtenues pour les autres solutions d'étalonnage.

Établir la courbe d'étalonnage appropriée en représentant les valeurs d'absorbance nette des solutions d'étalonnage en fonction de la concentration en vanadium, exprimée en microgrammes par millilitre. Utiliser le logiciel approprié du spectromètre ou un ordinateur autonome pour les calculs de régression, ou tracer un graphique.

Si des métaux et des réactifs purs ont été utilisés, le terme zéro devrait avoir une absorbance négligeable.

Toutefois, si le terme zéro a une absorbance significative, un mode opératoire plus complexe est requis. Dans ce cas, la concentration en vanadium, c_z , exprimée en microgrammes par millilitre ($\mu\text{g/ml}$), du terme zéro peut être calculée d'après la Formule (1):

$$c_z = c_{c1} \times \frac{A_z}{A_{c1} - A_z} \quad (1)$$

où

c_{c1} est la concentration en vanadium, exprimée en microgrammes par millilitre ($\mu\text{g/ml}$), ajoutée à la première solution d'étalonnage;

A_z est l'absorbance du terme zéro;

A_{c1} est l'absorbance de la première solution d'étalonnage.

La valeur c_z est ensuite ajoutée à chacune des concentrations d'étalonnage nominales afin d'établir la courbe d'étalonnage moyenne passant par l'origine.

8.3.4.2 Mesurage spectrométrique des solutions pour essai

8.3.4.2.1 Mesurage spectrométrique préliminaire

Effectuer un mesurage préliminaire de la solution pour essai (8.3.1) parallèlement aux mesurages spectrométriques des solutions d'étalonnage (voir 8.3.2). Estimer la quantité préliminaire d'analyte au moyen de la courbe d'étalonnage (8.3.4.1.1).

8.3.4.2.2 Mesurage spectrométrique

8.3.4.2.2.1 Utilisation de la courbe d'étalonnage

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai à blanc (8.2) et répéter les mesurages de la solution pour essai (voir 8.3.4.2.1).

Convertir les valeurs d'absorbance de la solution d'essai à blanc et des solutions pour essai en microgrammes de vanadium par millilitre au moyen de la courbe d'étalonnage.

8.3.4.2.2.2 Utilisation de la méthode par encadrement

Effectuer un deuxième mesurage de la solution d'essai (voir 8.3.1) par encadrement entre les deux solutions d'étalonnage dont les teneurs en vanadium sont respectivement légèrement supérieures et inférieures à la concentration estimée en vanadium de la solution pour essai.