



Norme
internationale

ISO 9658

**Aciers — Détermination de
l'aluminium — Méthode par
spectrométrie d'absorption
atomique dans la flamme**

*Steel — Determination of aluminium content — Flame atomic
absorption spectrometric method*

Deuxième édition
2024-09

iteh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 9658:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ca59bd8d-66d9-4b13-ba57-f8e64d41d899/iso-9658-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ca59bd8d-66d9-4b13-ba57-f8e64d41d899/iso-9658-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 9658:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ca59bd8d-66d9-4b13-ba57-f8e64d41d899/iso-9658-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ca59bd8d-66d9-4b13-ba57-f8e64d41d899/iso-9658-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
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 Essai à blanc	4
8.3 Détermination	5
8.3.1 Préparation de la solution pour essai	5
8.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage	6
8.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique	6
8.3.4 Optimisation des réglages du spectromètre d'absorption atomique	7
8.3.5 Mesurages spectrométriques	7
8.4 Établissement de la courbe d'étalonnage	8
9 Expression des résultats	9
9.1 Méthode de calcul	9
9.2 Fidélité	9
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Modes opératoires de détermination des critères instrumentaux	11
Annexe B (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international	13
Annexe C (informative) Représentation graphique des données de fidélité	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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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 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 www.iso.org/avant-propos.

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*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 459, *ECISS - Comité européen de normalisation du fer et de l'acier*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9658:1990), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- réévaluation des données de fidélité;
- mise à jour des références normatives;
- ajout de quelques notes qui contribueraient à une meilleure exactitude de la méthode;
- ajout de la Bibliographie.

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/members.html.

Aciers — Détermination de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

Le présent document prescrit une méthode de détermination par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, de l'aluminium soluble dans l'acide et/ou l'aluminium total dans les aciers non alliés.

La méthode est applicable aux teneurs en aluminium comprises entre 0,005 % (en masse) et 0,20 % (en masse).

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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

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, *Aciers et fontes — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1

aluminium soluble dans l'acide

aluminium mis en solution dans un mélange d'acides

4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique dilués.

Fusion du résidu insoluble dans l'acide par un mélange d'acide orthoborique et de carbonate de potassium.

Nébulisation de la solution dans une flamme de monoxyde de diazote et d'acétylène.

Mesurage spectrométrique de l'absorption atomique de la raie spectrale à 309,3 nm émise par une lampe à cathode creuse en aluminium.

NOTE D'autres sources de rayonnement appropriées peuvent également être utilisées, à condition que les critères énoncés de [6.5.1](#) à [6.5.4](#) soient toujours respectés.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, tel que spécifié dans l'ISO 3696.

5.1 Fer pur, avec une teneur en aluminium inférieure à 0,000 1 % (en masse) ou à teneur faible et connue en aluminium.

5.2 Acide fluorhydrique, ρ 1,15 g/ml environ.

5.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

5.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 2 + 100.

5.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, dilué 1 + 1.

5.6 Mélange d'acides chlorhydrique et nitrique.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ), 1 volume d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ), et 2 volumes d'eau.

Ce mélange doit être préparé immédiatement avant l'emploi.

5.7 Mélange de fusion.

Mélanger 1 partie en masse de l'acide orthoborique (H_3BO_3) et 1 partie en masse de carbonate de potassium anhydre (K_2CO_3).

5.8 Solution du mélange de fusion.

Mettre en solution 20,0 g du mélange de fusion ([5.7](#)) dans de l'eau et diluer à 100 ml.

5,0 ml de cette solution contiennent 1,0 g du mélange de fusion ([5.7](#)).

5.9 Solution étalon d'aluminium, 2,0 g/l.

Peser à 0,001 g près, 2,000 g d'aluminium de haute pureté [99,9 % (en masse)]; les mettre en solution par 40 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ) et 10 ml d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ). Porter à l'ébullition afin d'éliminer les oxydes d'azote. Laisser refroidir et transvaser la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,0 mg d'aluminium.

5.10 Solution étalon d'aluminium, 0,20 g/l.

Transvaser 20,0 ml de la solution étalon ([5.9](#)) dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon immédiatement avant l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,20 mg d'aluminium.

5.11 Solution étalon d'aluminium, 0,020 g/l.

Transvaser 20,0 ml de la solution étalon d'aluminium (5.10) dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon immédiatement avant l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,020 mg d'aluminium.

6 Appareillage

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, le matériel courant de laboratoire et les matériels suivants doivent être utilisés.

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

Toute la verrerie doit d'abord être nettoyée avec de l'acide chlorhydrique (5.3), puis avec de l'eau. La quantité d'aluminium présente dans les béchers et les fioles peut être vérifiée en mesurant l'absorption de l'eau distillée introduite dans la verrerie après le lavage avec de l'acide.

6.1 Filtre, filtre en nitrate de cellulose 0,45 µm.

6.2 Entonnoir filtrant.

Entonnoir filtrant en deux parties, résistant à l'acide, muni d'un support de tamis entre le corps de l'entonnoir et la tige, conçu pour la filtration sous vide de liquides. La tige de l'entonnoir est équipée d'un bouchon en verre rodé ou d'un bouchon en caoutchouc pour l'insertion dans l'ouverture de la fiole à vide.

6.3 Fiole à vide.

Fiole d'une capacité de 500 ml, ou suffisamment grande pour contenir une fiole jaugée de 100 ml, ayant une ouverture permettant d'insérer le bouchon en caoutchouc de la tige d'entonnoir filtrant.

6.4 Creuset en platine, d'une capacité de 30 ml environ.

6.5 Spectromètre d'absorption atomique.

AVERTISSEMENT — Suivre les instructions du fabricant pour l'allumage et l'extinction de la flamme monoxyde de diazote/acétylène afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de sécurité teintées lorsque le brûleur fonctionne.

Le spectromètre doit être équipé d'une lampe à cathode creuse en aluminium ou d'une autre source de rayonnement et doit être alimenté en monoxyde de diazote et en acétylène suffisamment purs pour obtenir une flamme pauvre en combustible, claire et stable, et exempte d'eau, d'huile et d'aluminium.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé sera satisfaisant si, après optimisation conformément au 8.3.4, la limite de détection et la concentration caractéristique sont raisonnablement en accord avec les valeurs données par le fabricant, et s'il répond aux critères de performance donnés de 6.5.1 à 6.5.3.

Il est également recommandé que l'instrument soit conforme aux exigences de performance complémentaires données en 6.5.4.

6.5.1 Fidélité minimale

L'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée ne doit pas excéder 1,5 % de l'absorbance moyenne de cette solution.

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

6.5.2 Limite de détection

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

La limite de détection de l'aluminium dans une matrice similaire à celle de la solution pour essai finale doit être inférieure à 0,1 µg/ml.

6.5.3 Linéarité de l'étalonnage

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs de la gamme de concentrations (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente représentant les 20 % inférieurs, déterminés de la même façon.

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

6.5.4 Concentration caractéristique

La concentration caractéristique de l'aluminium dans une matrice similaire à celle de la solution pour essai finale doit être inférieure à 1,0 µg/ml.

6.6 Équipement 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 les absorbances inférieures à 0,1. S'il est nécessaire d'utiliser l'expansion d'échelle et si l'instrument ne permet pas de 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.

[ISO 9658:2024](https://standards.iteh.ai/iso-9658-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/ca59bd8d-66d9-4b13-ba57-f8e64d41d899/iso-9658-2024>

7 Prélèvement et préparation des échantillons

Le prélèvement et la préparation des échantillons doivent être effectués conformément à l'ISO 14284 ou conformément aux normes nationales applicables pour les aciers.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Si nécessaire, dégraisser l'échantillon pour essai en le nettoyant dans un solvant approprié. Évaporer les dernières traces de solvant en chauffant avec précaution.

Peser, à 0,1 mg près, environ 2,0 g de l'échantillon pour essai.

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, et en utilisant le fer pur (5.1) au lieu de la prise d'essai.

Une correction du bruit de fond peut être nécessaire.

8.3 Détermination

8.3.1 Préparation de la solution pour essai

8.3.1.1 Mise en solution de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter, par petites fractions, 40 ml d'acide chlorhydrique (5.6) et couvrir le bécher d'un verre de montre. Chauffer jusqu'à ce que l'action de l'acide cesse. Faire bouillir la solution pour éliminer les oxydes d'azote et laisser refroidir.

8.3.1.2 Filtration de la solution pour essai

Placer un filtre (6.1) sur le support de l'entonnoir filtrant (6.2). Humecter le filtre avec de l'eau et assembler la base avec la tige de l'entonnoir. Insérer le bouchon en caoutchouc de la tige de l'entonnoir filtrant dans la fiole à vide (6.3). Appliquer un vide modéré à la fiole à vide et filtrer la solution.

Rincer les parois de l'entonnoir et son résidu alternativement avec de l'acide chlorhydrique (5.4) chaud et de l'eau chaude jusqu'à élimination visuelle du fer.

Arrêter progressivement l'aspiration.

Lorsque le filtrat est récupéré dans la fiole à vide de 500 ml:

- si le volume du filtrat et des fractions de rinçage est inférieur à 70 ml environ, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4;
- si le volume du filtrat et des fractions de rinçage est supérieur à 70 ml environ, transvaser quantitativement la solution dans un bécher de 200 ml, réduire le volume de la solution à 70 ml environ par évaporation, laisser refroidir puis transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4.

Lorsque le filtrat est récupéré directement dans une fiole jaugée de 100 ml placée dans la fiole à vide:

- si le volume du filtrat et des fractions de rinçage est inférieur à 70 ml environ, poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4;
- si le volume du filtrat et des fractions de rinçage est supérieur à 70 ml environ, transvaser la solution dans un bécher de 200 ml, réduire le volume de la solution à 70 ml environ par évaporation, laisser refroidir puis transvaser quantitativement dans la fiole jaugée de 100 ml d'origine, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4.

8.3.1.3 Préparation de la solution pour essai pour la détermination de l'aluminium soluble dans l'acide

Si seul l'aluminium soluble dans l'acide est requis, ajouter 5,0 ml du mélange de fusion (5.8) dans la fiole jaugée de 100 ml. Laisser refroidir, puis laisser échapper le dioxyde de carbone éventuellement produit, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Jeter le résidu insoluble et le filtre en nitrate de cellulose. Conserver cette solution pour la détermination de l'aluminium soluble dans l'acide.

8.3.1.4 Préparation de la solution pour essai pour la détermination de l'aluminium total

Introduire le filtre contenant le résidu insoluble dans un creuset en platine (6.4). Incinérer le résidu à basse température puis calciner lentement à 1 000 °C. Laisser refroidir le creuset. Ajouter plusieurs gouttes d'eau, plusieurs gouttes d'acide sulfurique (5.5) et 5 ml d'acide fluorhydrique (5.2). Évaporer jusqu'à siccité et calciner de nouveau lentement à 1 000 °C. Laisser refroidir le creuset et ajouter 1,0 g du mélange de fusion (5.7). Effectuer la fusion en plaçant le creuset dans un four à moufle à 1 000 °C pendant 15 min.

Laisser refroidir le creuset et ajouter 1 ml à 2 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et 8 ml d'eau au culot de fusion.

Chauffer modérément afin de mettre en solution le culot de fusion. Laisser refroidir le creuset et transvaser quantitativement cette solution dans la fiole jaugée de 100 ml où le filtrat a été récupéré. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.2.1 Teneurs en aluminium inférieures à 0,010 % (en masse)

Introduire (2,00 ± 0,01) g de fer pur (5.1) dans chacun d'une série de béchers de 250 ml. Ajouter à chaque bécher, par petites portions, 40 ml de mélange d'acides (5.6), puis couvrir les béchers de verres de montre. Chauffer jusqu'à mise en solution du fer. Porter à ébullition afin d'éliminer les oxydes d'azote. Laisser refroidir et transvaser les solutions dans cinq fioles jaugées de 100 ml. Ajouter les volumes de la solution étalon d'aluminium (5.11) indiqués dans le Tableau 1.

Ajouter 5,0 ml de la solution du mélange de fusion (5.8) dans chaque fiole. Laisser refroidir puis laisser échapper tout le dioxyde de carbone produit, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1 — Étalonnage pour des teneurs en aluminium inférieures à 0,010 % (en masse)

Volume de solution étalon d'aluminium (5.11) ml	Concentration en aluminium correspondante après dilution finale µg/ml	Teneur en aluminium correspondante dans l'échantillon % (en masse)
0 ^a	0	0
2,5	0,5	0,002 5
5,0	1,0	0,005 0
7,5	1,5	0,007 5
10,0	2,0	0,010 0

^a Terme zéro.

8.3.2.2 Teneurs en aluminium comprises entre 0,010 % (en masse) et 0,20 % (en masse)

Poursuivre tel que spécifié au 8.3.2.1, en utilisant le Tableau 2 au lieu du Tableau 1.

Tableau 2 — Étalonnage pour des teneurs en aluminium comprises entre 0,010 % (en masse) et 0,20 % (en masse)

Volume de solution étalon d'aluminium (5.10) ml	Concentration en aluminium correspondante après dilution finale µg/ml	Teneur en aluminium correspondante dans l'échantillon % (mass fraction)
0 ^a	0	0
5,0	10,0	0,050
10,0	20,0	0,100
15,0	30,0	0,150
20,0	40,0	0,200

^a Terme zéro.

8.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Installer la lampe à cathode creuse en aluminium (voir 6.5) sur le spectromètre d'absorption atomique (6.5) ainsi qu'une lampe au deutérium (pour la correction de l'absorption non spécifique), mettre l'appareil sous tension et le laisser se stabiliser. Ajuster la longueur d'onde dans la région de 309,3 nm à la valeur minimale d'absorbance, si possible.