
**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**

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

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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](#).

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.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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°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.