
**Alliages de nickel — Détermination
de la teneur en nickel — Méthode par
spectrométrie d'émission atomique
avec source à plasma induit par
haute fréquence**

*Nickel alloys — Determination of Nickel content — Inductively
coupled plasma atomic emission spectrometric method*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Prélèvement et préparation des échantillons	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Composition de l'échantillon.....	4
7.2 Prise d'essai.....	4
7.3 Préparation de la solution pour essai, T_{Ni}	4
7.4 Préparation de la solution de rinçage, T_0	5
7.5 Préparation des solutions d'étalonnage par encadrement, $T_{l,Ni}$ et $T_{h,Ni}$	5
7.6 Réglage de l'instrument.....	5
7.7 Mesurage des solutions.....	6
8 Expression des résultats	6
8.1 Méthode de calcul.....	6
8.2 Fidélité.....	6
9 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Spectromètre d'émission optique avec source à plasma — Proposition de critères de performance à vérifier	11
Annexe B (informative) Composition des échantillons utilisés pour l'essai de fidélité de validation	13
Bibliographie	15

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*.

Alliages de nickel — Détermination de la teneur en nickel — Méthode par spectrométrie d'émission atomique avec source à plasma induit par haute fréquence

1 Domaine d'application

La présente spécification technique décrit une méthode, par spectrométrie d'émission atomique avec source à plasma induit par haute fréquence, pour la détermination des teneurs en nickel (fractions massiques) comprises entre 20,0 % et 80,0 % dans les alliages de nickel.

Outre les alliages dont le constituant majoritaire est le nickel en termes de teneur, cette méthode peut également s'appliquer aux alliages dans lesquels le nickel est présent à hauteur de plusieurs autres éléments (Fe, Cr, Co, etc.) et dont il n'est pas possible de spécifier l'élément d'alliage principal.

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 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 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.

Si nécessaire, ajout supplémentaire d'acide fluorhydrique et, si requis, ajout d'un élément de référence interne (le scandium est recommandé).

Dilution de la solution pour essai à un volume connu. Nébulisation de cette solution dans un spectromètre d'émission atomique avec source à plasma induit par haute fréquence et mesurage de l'intensité de la lumière émise (y compris, le cas échéant, celle de l'élément de référence interne).

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 de ± 2 % de la teneur approximative en nickel dans l'échantillon à analyser.

La teneur de tous les éléments de l'échantillon doit donc être connue approximativement. Si la composition n'est pas connue, 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 seront compensées, ce qui lui confère une plus grande justesse. Ceci 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 performances recommandés pour les raies d'analyse retenues.

Les longueurs d'onde listées dans le [Tableau 1](#) ont été investiguées et les interférences les plus importantes sont données. Si d'autres longueurs d'onde 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 raie ne présente aucune interférence due aux éléments et teneurs généralement présents dans les alliages de nickel.

Tableau 1 — Exemples de longueurs d'onde pour le nickel

Élément	Longueur d'onde, nm	Interférences
Nickel	231,604	Co, Mo
	230,299	/
	222,486	Co
	222,295	V, Co
	217,514	/
	227,877	/
	239,452	/
	221,647	Co
	227,021	/

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité «2» comme spécifié dans l'ISO 3696, ou de l'eau de pureté équivalente.

Il convient d'utiliser les mêmes réactifs pour la préparation des solutions d'étalonnage et des solutions d'échantillon.

4.1 Acide fluorhydrique, HF, 40 % (m/m), $\rho = 1,14$ g/ml, ou 50 % (m/m), $\rho = 1,17$ 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.

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

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

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

4.5 Acide perchlorique, HClO₄, 60 % (m/m) $\rho = 1,54$ g/ml ou 70 % (m/m), $\rho = 1,67$ 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. Toute opération d'évaporation d'acide perchlorique doit être effectuée sous une hotte spécifiquement conçue à cet effet.

4.6 Solution de l'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.

NOTE 1 Il est possible d'utiliser à cet effet des solutions étalon disponibles dans le commerce.

NOTE 2 Le scandium a été utilisé lors de l'essai de fidélité de la présente méthode.

4.7 Solution étalon de nickel, 10 g/l.

Peser $5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de nickel haute pureté [99,9 % minimum (m/m)], les introduire dans un bécher et les mettre en solution dans 50 ml d'eau et 100 ml d'acide nitrique (4.3). Couvrir d'un verre de montre et chauffer modérément jusqu'à mise en solution complète du nickel. Refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 10 mg de nickel.

NOTE Il n'est pas permis d'utiliser des solutions étalon du commerce.

4.8 Solution étalon de nickel, 5 g/l.

Peser $5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de nickel haute pureté [99,9 % minimum (m/m)], les introduire dans un bécher et les mettre en solution dans 50 ml d'eau et 100 ml d'acide nitrique (4.3). Couvrir d'un verre de montre et chauffer modérément jusqu'à mise en solution complète du nickel. Refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 5 mg de nickel.

NOTE Il n'est pas permis d'utiliser des solutions étalon du commerce.

4.9 Solutions étalon des éléments de matrice.

Préparer des solutions étalon correspondant à chacun des éléments dont la teneur (fraction massique) est supérieure à 1 % dans l'échantillon. Utiliser des métaux purs ou des produits chimiques ayant une teneur en nickel (fraction massique) inférieure à 100 µg/g.

5 Appareillage

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

5.1 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou bêchers en perfluoroalkoxy (PFA), avec base en graphite.**5.2 Fioles jaugées en polypropylène ou polyéthylène, de capacité 250 ml, étalonnées conformément à l'ISO 1042.****5.3 Spectromètre d'émission optique avec 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 sera jugé satisfaisant si, après réglage conformément à 7.6, il remplit les critères de performances donnés en 5.3.

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 raie de l'élément de référence interne, on peut l'utiliser avec la méthode de la référence interne. Si le spectromètre séquentiel n'est pas équipé avec ce dispositif, la référence interne ne peut être utilisée et une technique de mesurage alternative sans élément de référence interne doit être utilisée.

5.3.1 Résolution pratique d'un spectromètre séquentiel.

Calculer la largeur de bande (largeur à mi-hauteur), conformément à A.1, pour la raie utilisée et pour celle de l'élément de référence interne. La largeur de bande doit être inférieure à 0,030 nm.