

Janvier 2022

ICS 77.040.30; 77.120.10

Destiné à remplacer l' EN 14242:2004

Version Française

Aluminium et alliages d'aluminium - Analyse chimique - Analyse par spectrométrie d'émission optique en plasma induit

Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische
Analyse - Optische Emissionspektalanalyse mit
induktiv gekoppelter Plasmaanregung

Aluminium and aluminium alloys - Chemical analysis -
Inductively coupled plasma optical emission spectral
analysis

Le présent projet de Norme européenne est soumis aux membres du CEN pour enquête. Il a été établi par le Comité Technique CEN/TC 132.

Si ce projet devient une Norme européenne, les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne.

Le présent projet de Norme européenne a été établi par le CEN en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN-CENELEC, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Croatie, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République de Macédoine du Nord, République de Serbie, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

Les destinataires du présent projet sont invités à présenter, avec leurs observations, notifications des droits de propriété dont ils auraient éventuellement connaissance et à fournir une documentation explicative.

Avertissement : Le présent document n'est pas une Norme européenne. Il est diffusé pour examen et observations. Il est susceptible de modification sans préavis et ne doit pas être cité comme Norme européenne



COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

CEN-CENELEC Management Centre: Rue de la Science 23, B-1040 Bruxelles

Sommaire

Page

Avant-propos européen	3
1 Domaine d'application	4
2 Références normatives	4
3 Termes et définitions.....	4
4 Principe.....	4
5 Réactifs.....	5
6 Appareillage.....	12
7 Échantillonnage	12
8 Méthode.....	13
9 Correction des fluctuations à court terme et de la dérive.....	17
10 Étude des interférences	17
11 Expression des résultats.....	18
12 Rapport d'essai	18
Annexe A (informative) Longueurs d'onde d'analyse	19
Annexe B (informative) Spectromètre d'émission optique avec source à plasma - Suggestion de critères de performance à contrôler	21
B.1 Stabilité à court et à long terme.....	21
B.2 Évaluation de la concentration équivalente au bruit de fond.....	21
B.3 Évaluation de la limite de détection.....	22
B.4 Linéarité des courbes d'étalonnage	22
Bibliographie	23

Avant-propos européen

Le présent document (prEN 14242:2022) a été élaboré par le comité technique CEN/TC 132 « Aluminium et alliages d'aluminium », dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Ce document est actuellement soumis à l'Enquête CEN.

Il est destiné à remplacer l'EN 14242:2002.

En comparaison avec l'édition précédente, les modifications techniques suivantes ont été effectuées :

- modification du domaine d'application ;
- nouveau paragraphe 5.15.6 ;
- plusieurs modifications rédactionnelles.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) pour l'analyse de l'aluminium et des alliages d'aluminium.

Cette méthode est applicable à la détermination de la teneur en silicium, fer, cuivre, manganèse, magnésium, chrome, nickel, zinc, titane, gallium, vanadium, béryllium, bismuth, calcium, cadmium, cobalt, lithium, sodium, plomb, antimoine, étain, strontium et zirconium dans l'aluminium et les alliages d'aluminium.

Il convient que la teneur des éléments à déterminer soit au moins 10 fois supérieure aux limites de détection de la méthode.

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).

EN 12258-2:2001, *Aluminium et alliages d'aluminium — Termes et définitions — Partie 2 : Analyse chimique*

EN 14361, *Aluminium et alliages d'aluminium — Analyse chimique — Échantillonnage du métal fondu*

EN ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume (ISO 648)*

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

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'EN 12258-2:2001 ainsi que les suivants s'appliquent.

4 Principe

Une prise d'essai est dissoute avec :

- une solution d'hydroxyde de sodium, puis une acidification est réalisée avec un mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique ; ou
- de l'acide nitrique et de l'acide fluorhydrique ; ou
- un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique ; ou
- de l'acide chlorhydrique et du peroxyde d'hydrogène ;

selon le type d'alliage et l'élément dont la teneur est à déterminer.

Après dilution appropriée et, si nécessaire, ajout d'un élément de référence interne, nébulisation de la solution dans un spectromètre d'émission avec source à plasma inductif et mesure de l'intensité de la lumière émise (y compris, le cas échéant, celle de l'élément de référence interne).

Les signaux d'émission aux longueurs d'ondes d'analyse choisies (voir Annexe A) sont ensuite comparés avec ceux des solutions d'étalonnage.

NOTE 1 Les plages d'application et l'exactitude de la méthode ou de toute autre voie utilisée sont validées par le laboratoire. Des plages d'application approximatives figurent à l'Annexe A.

NOTE 2 Toute l'instrumentation et les logiciels utilisés dans les laboratoires varient et évoluent. En conséquence, seuls des critères généraux pour l'étalonnage et les mesures, sont spécifiés.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser seulement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 2, telle que spécifiée dans l'EN ISO 3696.

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

5.1 Aluminium, pureté $\geq 99,999$ % en masse.

5.2 Carbonate de sodium (Na_2CO_3)

5.3 Carbonate de potassium (K_2CO_3)

5.4 Nitrite de sodium (NaNO_2)

5.5 Disulfate de potassium ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

5.6 Acide nitrique, $\rho = 1,40$ g/ml approximativement.

5.7 Solution d'acide nitrique, 1 + 1

Ajouter avec précaution 500 ml d'acide nitrique (5.6) dans 400 ml d'eau, laisser refroidir, compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser.

5.8 Solution d'acide nitrique, 4 mol/l

Ajouter avec précaution 27,7 ml d'acide nitrique (5.6) dans 50 ml d'eau, laisser refroidir, compléter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.9 Acide chlorhydrique, $\rho = 1,19$ g/ml approximativement

5.10 Solution d'acide chlorhydrique, 1 + 1

Ajouter avec précaution 500 ml d'acide chlorhydrique (5.9) dans 400 ml d'eau, laisser refroidir, compléter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser.

5.11 Acide fluorhydrique, $\rho = 1,14$ g/ml approximativement

5.12 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml approximativement

5.13 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (fraction massique)

5.14 Solution d'hydroxyde de sodium, 400 g/l

Introduire 400,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans un bécher en plastique avec couvercle et ajouter avec précaution 500 ml d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée en plastique de 1 000 ml.

Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5.15 Solutions étalons

Les solutions étalons doivent être traçables avec les unités de masse ou de quantité de matière du système international d'unités (SI), c'est-à-dire le kilogramme ou la mole. Il convient de les préparer à partir de métaux purs ou de composés stœchiométriques.

Les solutions étalons contenant des ions sulfate ne doivent pas être utilisées pour la détermination de la teneur en un élément formant un précipité avec les ions sulfate.

Les solutions étalons et les solutions d'étalonnage ayant des concentrations de l'élément ≤ 50 mg/l peuvent être instables et doivent être préparées juste avant l'emploi.

NOTE 1 Les solutions d'étalonnage peuvent être préparées directement à partir des solutions étalons par pesée (voir 8.6).

NOTE 2 Pour les analyses de routine, des solutions étalons disponibles dans le commerce dont la traçabilité est établie peuvent également être utilisées.

5.15.1 Solution étalon d'antimoine, 200 mg/l

Introduire 0,100 g d'antimoine (de pureté $\geq 99,99$ % en masse) dans un bécher de 250 ml avec couvercle. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (5.9) et 2 ml d'acide nitrique (5.6), chauffer jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir. Ajouter avec précaution 50 ml d'eau et 50 ml d'acide chlorhydrique (5.9), transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 200 μ g d'antimoine.

5.15.2 Solution étalon de béryllium, 1 g/l

Introduire 1,000 g de béryllium (de pureté $\geq 99,99$ % en masse) dans un bécher de 400 ml avec couvercle. Ajouter 20 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.10). Chauffer doucement, si nécessaire, jusqu'à dissolution complète, laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de béryllium.

5.15.3 Solution étalon de bismuth, 1 g/l

Introduire 1,000 g de bismuth (de pureté $\geq 99,99$ % en masse) dans un bécher de 400 ml avec couvercle. Ajouter 18 ml d'acide chlorhydrique (5.9), 6 ml d'acide nitrique (5.6) et 10 ml d'eau. Chauffer doucement, si nécessaire, jusqu'à dissolution complète. Ajouter 160 ml de solution d'acide chlorhydrique (5.10), transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de bismuth.