



Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

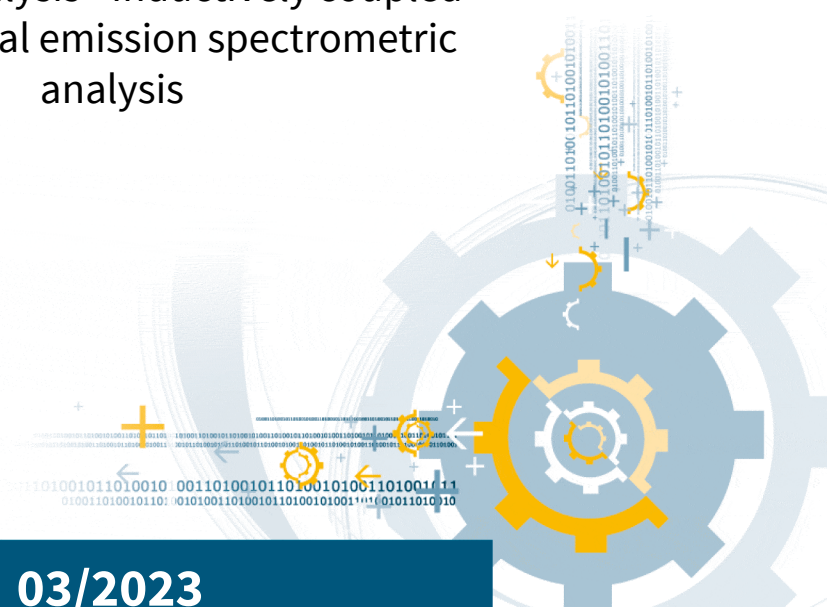
ILNAS-EN 14242:2023

Aluminium et alliages d'aluminium - Analyse chimique - Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute

Aluminium und Aluminiumlegierungen -
Chemische Analyse - Optische
Emissionsspektrometrie mit induktiv
gekoppeltem Plasma

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

03/2023



Avant-propos national

Cette Norme Européenne EN 14242:2023 a été adoptée comme Norme Luxembourgeoise ILNAS-EN 14242:2023.

Toute personne intéressée, membre d'une organisation basée au Luxembourg, peut participer gratuitement à l'élaboration de normes luxembourgeoises (ILNAS), européennes (CEN, CENELEC) et internationales (ISO, IEC) :

- Influencer et participer à la conception de normes
- Anticiper les développements futurs
- Participer aux réunions des comités techniques

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

CETTE PUBLICATION EST PROTÉGÉE PAR LE DROIT D'AUTEUR

Aucun contenu de la présente publication ne peut être reproduit ou utilisé sous quelque forme ou par quelque procédé que ce soit - électronique, mécanique, photocopie ou par d'autres moyens sans autorisation préalable !

Version Française

Aluminium et alliages d'aluminium - Analyse chimique - Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence

Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische
Analyse - Optische Emissionsspektrometrie mit
induktiv gekoppeltem Plasma

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

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 23 janvier 2023.

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. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion du CEN-CENELEC ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe 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.



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 Prélèvement.....	12
7.1 Généralités.....	12
7.2 Échantillon pour essai	13
8 Méthode.....	13
8.1 Prise d'essai.....	13
8.2 Méthode de mise en solution I par une solution d'hydroxyde de sodium.....	13
8.3 Méthode de mise en solution II par de l'acide nitrique et de l'acide fluorhydrique.....	14
8.4 Méthode de mise en solution III par un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique	14
8.5 Méthode de mise en solution IV par de l'acide chlorhydrique	15
8.6 Solutions d'étalonnage et solution de correction de dérive	15
8.6.1 Généralités.....	15
8.6.2 Préparation des solutions d'étalonnage.....	16
8.7 Mesurages.....	16
8.7.1 Réglage de l'appareillage	16
8.7.2 Mesurage des solutions d'étalonnage.....	16
8.7.3 Mesurage des solutions pour essai	17
8.8 Courbes d'étalonnage	17
9 Correction des fluctuations à court terme et de la dérive.....	17
9.1 Généralités.....	17
9.2 Fluctuations à court terme.....	17
9.3 Dérive	17
10 Étude des interférences	18
11 Expression des résultats.....	18
11.1 Correction	18
11.2 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
Bibliographie	23

Avant-propos européen

Le présent document (EN 14242:2023) a été élaboré par le comité technique CEN/TC 132 « Aluminium et alliages d'aluminium », dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en septembre 2023, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en septembre 2023.

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. Le CEN ne saurait être tenu pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

Le présent document remplace l'EN 14242:2004.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

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

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 sur le site web du CEN.

Selon le Règlement intérieur du CEN/CENELEC, les organismes de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : 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 Tchèque, République de Macédoine du Nord, Roumanie, Royaume-Uni, Serbie, Slovaquie, Slovénie, Suède, Suisse et Turquie.

1 Domaine d'application

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

Cette méthode est applicable à la détermination des teneurs 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 correspondantes.

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 12258-2:2004, *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 12258-2:2004 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 :

- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform : disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

4 Principe

Une prise d'essai est mise en solution par :

- une solution d'hydroxyde de sodium, suivie d'une acidification par 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, la solution est nébulisée dans un spectromètre d'émission optique avec source à plasma induit par haute fréquence et l'intensité de la lumière émise (y compris, le cas échéant, celle de l'élément de référence interne) est mesurée. 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 domaines d'application et l'exactitude de la méthode ou de toute autre étape alternative sont validés par le laboratoire. Des domaines d'application approximatifs 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 mesurages, 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 ou de qualité équivalente.

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

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 Acide nitrique, dilué 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 Acide nitrique, solution à 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 Acide chlorhydrique, dilué 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 % (en masse)

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

Introduire 400,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans un bécher en plastique muni d'un 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 étalon

Les solutions étalon doivent être raccordées aux 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 étalon contenant des ions sulfate ne doivent pas être utilisées pour la détermination de la teneur d'un élément formant un précipité avec les ions sulfate.

Les solutions étalon et les solutions d'étalonnage ayant des concentrations en un élément ≤ 50 mg/l peuvent être instables et doivent être contrôlées avant l'emploi.

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

NOTE 2 Pour des analyses de routine, des solutions étalon disponibles dans le commerce dont le raccordement est établi peuvent également être utilisées.

Dans le cas de solutions préparées avant l'emploi et stockées dans des récipients appropriés, leur concentration doit être contrôlée avant l'emploi, ou leur stabilité dans le temps doit être consignée par écrit.

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 muni d'un couvercle. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (5.9) et 2 ml d'acide nitrique (5.6), chauffer jusqu'à mise en solution 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 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 muni d'un couvercle. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.10). Chauffer modérément, si nécessaire, jusqu'à mise en solution complète, laisser refroidir et transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de béryllium.