

REVETEMENTS DE NICKEL - DOSAGE DU CALCIUM FLUORURE (ABSORPTION ATOMIQUE, FLUORESCENCE X)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant le dosage du calcium fluorure (Ca F_2) dans les revêtements de nickel.

Deux procédés peuvent être utilisés :

- procédé A : par absorption atomique, s'appliquant à des concentrations de 0,10 à 1, 50 % en masse de calcium fluorure,
- procédé B : par fluorescence X, s'appliquant à des concentrations de 0,10 à 5 % en masse de calcium fluorure.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Dosage par absorption atomique du calcium après mise en solution chlorhydrique et fusion au tétraborate de lithium avec reprise chlorhydrique.

2.2.APPAREILLAGE

2.2.1.SPECTROPHOTOMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE.

2.2.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES.

2.2.3.BAIN DE SABLE.

2.2.4.FOUR POUVANT ETRE REGLE A 1 100 °C.

2.2.5.CREUSET EN PLATINE.

2.2.6.FIOLES JAUGEES DE 100 ML.

2.2.7.BECHER DE 100 ML.

2.2.8.PIPETTE DE 10 ML.

2.3.REACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité pour analyses.

2.3.1.EAU DEMINERALISEE.

2.3.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE D = 1,18.

2.3.3.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE

(H₂SO₄) : d = 1,84.

2.3.4.SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

Mélanger en volume une partie d'acide (2.3.3) et quatre parties d'eau (2.3.1).

2.3.5.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃) concentré : d = 1,40.

2.3.6.FONDANT TYPE FLUOSID 21 DE ICPH (SITE DE MICHEVILLE, 54190 VILLERRUPT) :

di-lithium tétraborate (Li₂B₄O₇) : 75,6 % (m/m) ; lanthane oxyde (La₂O₃) : 20,9 % (m/m) ; bore oxyde (B₂O₃) : 3,5 % (m/m).

2.3.7.NICKEL ELECTROLYTIQUE (NI).

2.3.8.CALCIUM FLUORURE

(Ca F₂).

2.3.9.SOLUTION ETALON DE CALCIUM A 1 GRAMME PAR LITRE

Utiliser la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9943.

2.3.10.SOLUTION ETALON DE CALCIUM A 100 MILLIGRAMMES PAR LITRE

- Prélever exactement 10 ml de solution (2.3.9) à l'aide de la pipette (2.2.8).
- Les introduire dans une fiole (2.2.6) et compléter à 100 ml avec de l'eau (2.3.1).

2.4.MODE OPERATOIRE

2.4.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Peser 50 milligrammes de dépôt à l'aide de la balance (2.2.2) et les transvaser dans un bécher (2.2.7) puis attaquer avec 10 ml d'acide (2.3.2).
- Ajouter, si nécessaire, goutte à goutte de l'acide (2.3.5).
- Ajouter, après l'attaque, 2 ml d'acide (2.3.3) et amener à fumées blanches.
- Laisser refroidir et reprendre par quelques millilitres d'eau (2.3.1).
- Transvaser la solution dans le creuset (2.2.5), amener à sec d'abord sur le bain de sable (2.2.3) puis sur bec jusqu'à cessation des fumées blanches.
- Ajouter, après refroidissement 1 gramme de fondant (2.3.6) pesé exactement à l'aide de la balance (2.2.2).
- Porter au four (2.2.4), réglé à 1 100 °C, pendant 30 minutes.
- Reprendre par 15 ml d'acide (2.3.2).
- Transvaser la solution dans une fiole (2.2.6) de 100 ml et compléter à 100 ml avec de l'eau (2.3.1).

Nota : Pour les échantillons à teneur supérieure à 1,5 % en masse de Ca F₂ diluer avec le point zéro de la gamme étalon.

2.4.2.ETALONNAGE

- Peser quatre fois 50 milligrammes de nickel électrolytique (2.3.7) à l'aide de la balance (2.2.2) et les attaquer comme indiqué au paragraphe 2.4.1, faire également la fusion et reprendre par 15 ml d'acide (2.3.2).
- Transvaser ces solutions dans quatre fioles (2.2.6).
- Ajouter respectivement 0 - 1 - 2 et 4 ml de solution étalon de calcium (2.3.10) ce qui donne des solutions à 0 - 0,20 - 0,40 et 0,80 % en masse de calcium.

2.4.3.DOSAGE

Effectuer les mesures, pour l'échantillon ainsi que pour la gamme d'étalons, au spectrophotomètre (2.2.1) avec les conditions suivantes :

- lampe à cathode creuse de calcium,