

ACIERS DOSAGE DE L'AZOTE (METHODES CHIMIQUE ET SPECTROGRAPHIQUE)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

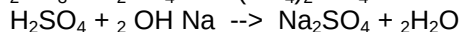
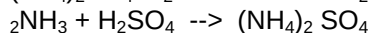
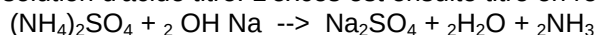
1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode permet le dosage de l'azote "soluble dans les acides", c'est-à-dire que l'azote dosé correspond à celui des nitrures attaquables par les acides et du nitrure d'aluminium décomposé par la soude. Elle permet le dosage dans les aciers ordinaires (pièces), dans les soupapes d'échappement et dans les éprouvettes d'aciers nitrurés et carbonitrurés.

2.METHODE CHIMIQUE POUR LES ACIERS ORDINAIRES

2.1.PRINCIPE

L'opération consiste à transformer l'azote des nitrures en sulfate d'ammonium. En milieu alcalin et à l'ébullition, l'ammoniac NH_3 se dégage. Il est entraîné à la vapeur et recueilli dans une quantité connue et en excès d'une solution d'acide titré. L'excès est ensuite titré en retour par de la soude (Méthode de KJELDAHL).



2.2.APPAREILLAGE

2.2.1.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

2.2.2.APPAREIL DE BÜCHI

pour le dosage de l'azote ou autre appareil analogue

2.3.REACTIFS

2.3.1.ACIDE SULFURIQUE DILUE AU 1/5

2.3.2.SOUDE CAUSTIQUE A 50%

2.3.3.ACIDE TARTRIQUE A 50 %

2.3.4.ACIDE SULFURIQUE TITRE N/50

2.3.5.SOUDE TITREE N/50

2.3.6.INDICATEUR DE TASCHIRO

- 100 mg de rouge de méthyle dissous dans 100 ml d'éthanol.
- 40 mg de bleu de méthylène dissous dans 100 ml d'éthanol.

Mélanger ensuite les deux réactifs.

2.4.ECHANTILLONNAGE

Le prélèvement se fait par copeaux, fraises ou tournures.

2.5.MODE OPERATOIRE

2.5.1 Attaquer 3,5 g d'échantillon pour un acier ordinaire (1 g ou 0,5 g pour les soupapes d'échappement) dans un erlen de 500 ml par 50 ml d'acide sulfurique au 1/5. Couvrir d'un verre de montre et chauffer doucement sur bain de sable, à l'abri des vapeurs ammoniacales.

- Après dissolution complète, chauffer plus fortement sur plaque afin de concentrer l'acide.
- Agiter souvent pour éviter les projections.
- Après refroidissement, reprendre par 50 ml d'eau distillée, chauffer doucement pour dissoudre les sels.
- La solution doit être claire.

2.5.2 Ce mode d'attaque risquant de ne pas mettre tout l'azote de l'acier en solution dans tous les cas, il est possible d'utiliser une autre méthode, plus longue, mais qui donne une bonne corrélation avec la méthode d'extraction de l'azote par fusion de l'échantillon sous hélium par chromatographie.

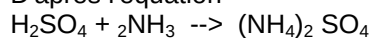
- Après mise en solution dans l'acide sulfurique dilué, comme en 2.5.1, et avant de concentrer l'acide, refroidir puis ajouter 2 ml d'eau oxygénée à 110 volumes.
- Porter 10 minutes à l'ébullition.
- Evaporer jusqu'à consistance sirupeuse.
- Refroidir. Ajouter 1 ml d'eau oxygénée à 110 volumes.
- Amener à fumées blanches pendant 3 heures en couvrant l'erlenmeyer d'un verre de montre pour permettre le reflux de l'acide.
- Verser le minimum d'eau distillée (environ 20 ml) dans l'erlenmeyer et effectuer la distillation de l'ammoniac.
- Mener dans les mêmes conditions et dans les deux cas, un essai dit "à blanc" qui n'est constitué, au départ, que par les 50 ml d'acide sulfurique au 1/5 mais qui sera traité tout au long du dosage de la même façon que les aciers.

2.5.3 La distillation de l'ammoniac se fera alors dans l'appareil de Büchi ou Kjeldahl.

- Introduire la solution obtenue précédemment dans le vase par l'entonnoir. Ajouter ensuite 50 ml d'acide tartrique (2.3.3), et enfin 100 ml de soude à 50 % (2.3.2) après avoir placé au préalable un erlen contenant 25 ml d'acide sulfurique titré (2.3.4) + 25 ml d'eau distillée sous le réfrigérant.
- Le vase est alors mis en communication avec la chaudière et l'on estime que l'on doit distiller environ 150 ml pour avoir la totalité de l'ammoniac.
- On titre alors l'excès d'acide sulfurique N/50 par la soude titrée (2.3.5).

2.6.EXPRESSION DES RESULTATS

D'après l'équation



1 ml d'acide sulfurique N/50 correspond à 0,28 mg d'azote.

soit à : 0,028 % d'azote pour 1 prise de 1 g

0,008 % pour 1 prise de 3,5 g

0,056 % pour 1 prise de 0,5 g

Ne pas oublier de défalquer la valeur obtenue de celle de l'essai à blanc.

Exemple

Essai à blanc --> 24 ml de OH Na

Acier à doser --> 22 ml de OH Na

% N --> $(24-22) \times 0,008 = 0,016 \%$

(pour une prise de 3,5 g)

3.METHODES CHIMIQUE ET SPECTROGRAPHIQUE

pour la détermination du gradient d'azote dans les éprouvettes d'aciers nitrurés et carbonitrurés

On utilise actuellement pour le dosage, des éprouvettes plates de 20 à 25 mm d'épaisseur, prélevées dans des barres de $\varnothing = 50$ mm minimum.

Ce nouveau type d'éprouvette a remplacé l'éprouvette cylindrique parce qu'il présente plusieurs avantages.

Cette éprouvette permet soit un dosage spectrographique, soit un dosage chimique selon les moyens du laboratoire.

Le dosage spectrographique donne une réponse rapide. Il permet en outre d'avoir la teneur en azote en surface et non plus la moyenne d'une passe de 1/10.

Enfin ce type d'éprouvette ne présente pas de déformation à la trempe.

3.1.METHODE CHIMIQUE

- Avant traitement, l'éprouvette sera parfaitement rectifiée sur les deux faces.
- Après traitement et avant prélèvement, il est important de faire un usinage de 1,5 à 2 mm selon le schéma de l'annexe afin d'éviter tout risque d'erreur pouvant provenir de l'angle.
- La pièce étant alors bien posée à plat entre les mors du tour, faire des tournures à l'outil en Widia sur la face usinée.
L'avance du tour est de 0,07 mm par tour et sa vitesse de 350 tours/minute.
Comme pour l'ancienne éprouvette cylindrique, les profondeurs de passe sont de :
1/10, 1/10, 1/10, 2/10, 2/10, 3/10 et 3/10.
- Pour l'analyse se reporter au paragraphe 2.5.
- La prise d'essai est de 1 g pour les 3 premières passes, 2 g pour les 2 passes de 2/10 et 3,5 g pour les deux dernières de 3/10.