

METAUX FERREUX - DOSAGE DU SILICIUM

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT n° 1284.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A et RENAULT en MARS 1983.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant de doser le silicium dans les métaux ferreux.

La méthode est applicable aux fontes et aciers ordinaires ou alliés. Pour les aciers fortement alliés, la méthode reste valable à condition d'éliminer le chrome sous forme de chlorure de chromyle.

2.PRINCIPE

Lors de l'attaque du métal par un acide minéral, le silicium est oxydé à l'état d'acide ortho-silicique (H_4SiO_4).

Au cours de l'évaporation, ce composé se coagule avec perte d'une molécule d'eau et se transforme en acide méta-silicique (H_2SiO_3) partiellement soluble dans les acides dilués. En prolongeant le chauffage en présence d'acide perchlorique, on obtient une silice anhydre pratiquement insoluble. Celle-ci est séparée par filtration, calcinée et pesée à l'état de SiO_2 .

Le résidu de la calcination est traité par l'acide fluorhydrique qui volatilise la silice et l'on détermine le silicium par la perte de poids qui en résulte.

3.REACTIFS

- Acide perchlorique à 65 % d = 1,61
- Acide chlorhydrique à 22° Bé d = 1,19
- Acide sulfurique à 66° Bé d = 1,84
- Acide fluorhydrique à 40 % d = 1,14

4.ECHANTILLONNAGE

Le prélèvement se fait au moyen d'une perceuse, d'une fraiseuse ou d'un tour selon la forme ou la nature de l'échantillon.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.CAS D'UN ACIER OU D'UNE FONTE NORMALE

5.1.1.ATTAQUE

Attaquer 1 g d'échantillon dans un erlenmeyer de 300 ml par 15 ml d'acide perchlorique pour un acier, 25 à 30 ml pour une fonte. Chauffer modérément sur plaque chauffante.

L'attaque est rapide pour un acier ordinaire ou faiblement allié. Pour une fonte, l'attaque est prolongée, afin de détruire le graphite en totalité ou presque.

5.1.2.INSOLUBILISATION

L'attaque terminée (cessation d'effervescence), élever la température de manière que les vapeurs émises se détachent très nettement du col de l'erlenmeyer pendant une minute ou deux. Refroidir.

Ajouter 100 ml environ d'eau chaude. Agiter pour bien dissoudre les sels solubles.

Filtrer sans attendre sur filtre rapide. Laver à l'eau chlorhydrique (5 à 10 % environ) chaude jusqu'à élimination de toute trace jaune de fer sur le filtre. Terminer par plusieurs lavages à l'eau chaude.

Placer le filtre et son contenu dans une nacelle en silice. Sécher sur plaque puis introduire dans un moufle à température assez élevée (800 à 900 °C).

Calciner pendant 15 à 20 minutes.

Laisser refroidir et peser rapidement.

5.2.CAS D'UN ACIER FORTEMENT ALLIE

Certains aciers, tels que les inoxydables réfractaires, à 25 % de chrome et 20 % de nickel, sont difficilement attaqués par l'acide perchlorique seul.

Il est nécessaire de les attaquer d'abord par l'acide chlorhydrique ou nitrique étendu, ou par un mélange d'acide chlorhydrique et perchlorique et d'insolubiliser ensuite à l'acide perchlorique.

Il est préférable également d'éliminer le chrome. Pour cela, après attaque, lorsque le chrome est à l'état hexavalent (teinte rouge orangée), ajouter de l'acide chlorhydrique au compte-gouttes ; le chrome s'élimine sous forme de vapeurs jaunes de chlorure de chromyle (CrO_2Cl_2).

Répéter l'opération plusieurs fois si nécessaire, en attendant entre chaque élimination que le chrome soit repassé à l'état hexavalent.

L'insolubilisation et la suite du mode opératoire restent les mêmes qu'au § 5.1.2.

5.3.CAS D'UN ACIER AU TUNGSTENE

Une méthode de séparation au tungstène consiste à attaquer par un mélange d'acide phosphorique (qui solubilise le tungstène) et d'acide perchlorique. Comme un acier au tungstène contient en général du chrome (aciers rapides), l'analyse se poursuit après l'attaque comme pour le cas précédent (voir § 5.2).