

**ACIERS
ANALYSE QUANTITATIVE DU SELENIUM ET DU TELLURE
(FLUORESCENCE X)**

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant l'analyse quantitative du sélénium et du tellure contenus dans les aciers.

Elle est applicable pour des teneurs comprises entre 0 et 0,2 % (m/m) pour chacun des éléments.

2.PRINCIPE

Après une attaque nitrique, la solution obtenue est pastillée sous 20 tonnes après imprégnation dans la cellulose. La mesure est faite par fluorescence X par comparaison avec des étalons préparés dans les mêmes conditions que les échantillons.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROPHOTOMETRE DE FLUORESCENCE X

(par exemple SRS Siemens) avec compteur à scintillation et à flux gazeux.

3.2.BROYEUR MELANGEUR TYPE SPEX

avec creuset et billes en carbure de tungstène.

3.3.PRESSE A PASTILLER HERZOG

3.4.ETUVE

pouvant être réglée à $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.5.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.6.BAIN DE SABLE

3.7.BECHER EN POLYTETRAFLUORETHYLENE

de 200 ml.

3.8.PIPETTES GRADUEES

de 2 - 5 - 10 - 20 et 50 ml.

3.9.FIOLE JAUGEE

de 500 ml.

4. REACTIFS

Tous les réactifs indiqués ci-dessous doivent être de qualité pour analyses.

4.1. EAU DEMINERALISEE

4.2. ACIDE NITRIQUE CONCENTRE

(HNO₃) : d = 1,42, dilué à 50 % (v/v) avec de l'eau (4.1).

4.3. ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), d = 1,13.

4.4. CELLULOSE EN POUDRE

4.5. LIANT ORGANIQUE

Cire en micropoudre "HOECHST WAX", référence SIEMENS C1 M 35055 A 1901.

4.6. SELENIUM

(Se) à 99,5 % en poudre.

4.7. SOLUTION ETALON DE SELENIUM

à 1 g/litre.

Peser exactement 500 milligrammes de sélénium (4.6), à l'aide de la balance (3.5), les introduire dans un bécher (3.7) et les attaquer avec 20 millilitres d'acide nitrique (4.2). Après mise en solution complète, transvaser dans une fiole (3.9) et compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1) puis homogénéiser.

1 ml de cette solution correspond à 1 mg de sélénium.

4.8. SOLUTION ETALON DE SELENIUM

à 0,1 g/litre.

Prélever 50 millilitres de solution (4.7), à l'aide d'une pipette de 50 ml (3.8), les introduire dans une fiole (3.9) et compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1).

1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg de sélénium.

4.9. TELLURE

(Te) à 99,7 % en poudre.

4.10. SOLUTION ETALON DE TELLURE

à 1 g/litre.

Peser exactement 500 milligrammes de tellure (4.9), à l'aide de la balance (3.5), les introduire dans un bécher (3.7) et les attaquer avec 20 millilitres d'acide nitrique (4.2). Après mise en solution complète, transvaser dans une fiole (3.9) et compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1) puis homogénéiser.

1 ml de cette solution correspond à 1 mg de tellure.

4.11. SOLUTION ETALON DE TELLURE

à 0,1 g/litre.

Prélever 50 millilitres de solution (4.10), à l'aide d'une pipette de 50 ml (3.8), les introduire dans une fiole (3.9) et compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1).

1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg de tellure.

4.12. FER

(Fe) pur en copeaux.