

FONTES GS DOSAGE DU MAGNESIUM (ABSORPTION ATOMIQUE)

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet le dosage du magnésium dans les fontes, et en particulier dans les fontes GS. Cette méthode est applicable pour les teneurs comprises entre 0 et 0,10 % de magnésium. La droite obtenue est absolument linéaire pour les valeurs de 0 à 1 µg/ml de magnésium.

2.PRINCIPE

Après mise en solution de l'échantillon par un mélange très oxydant, puis élimination de la silice, la liqueur obtenue, tamponnée par le chlorure de strontium, est analysée par absorption atomique.

3.REACTIFS

Tous les réactifs seront de pureté garantie.

3.1.ACIDE PERCHLORIQUE

d = 1,67 à 70 %.

3.2.ACIDE NITRIQUE

d = 1,40.

3.3.ACIDE CHLORHYDRIQUE

d = 1,18.

3.4.EAU OXYGENEE

à 50 volumes.

3.5.CHLORURE DE STRONTIUM

(Sr Cl₂ 6H₂O) à 22,9 g pour 100 ml.

3.6.FER PUR ELECTROLYTIQUE

3.7.MAGNESIUM METALLIQUE EN RUBAN

3.8.SOLUTION-MERE DE MAGNESIUM

à 1 g/l.

Le ruban étant légèrement oxydé en surface, il est conseillé de passer sur celui-ci un coton imbibé d'acide chlorhydrique très dilué. Rincer à l'eau distillée. Sécher à l'air.

Peser alors 1 g de magnésium. L'introduire directement dans une fiole jaugée de 1 litre.

Ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (3.3) au demi.

L'attaque est immédiate à froid.

Ajuster à l'eau distillée.

3.9.SOLUTION-FILLE

Diluer la solution-mère 10 fois.
Cette solution ne se conserve pas.
La préparer extemporanément.

4.APPAREILLAGE

4.1.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.2.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Attaquer 200 mg de copeaux de fonte dans un bécher de 400 ml forme haute par 5 ml d'acide perchlorique (3.1) et 5 ml d'acide nitrique (3.2).
- Recouvrir d'un verre de montre et aller aux fumées blanches.
- Parfaire l'attaque en ajoutant 5 ml d'acide chlorhydrique (3.3) puis 2,5 ml d'acide nitrique (3.2).
- Aller à sec.
- Reprendre par 10 ml d'acide chlorhydrique (3.3) 20 ml environ d'eau distillée chaude, et 2 à 3 ml d'eau oxygénée à 50 volumes (3.4).
- Maintenir à douce ébullition pendant 5 minutes.
- Filtrer sur filtre rapide.
- Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 200 ml dans laquelle on aura préalablement introduit 4 ml de chlorure de strontium (3.5).
- Ajuster à l'eau distillée et homogénéiser.

5.2.PREPARATION DE L'ETALONNAGE

- Dans cinq béchers de 400 ml forme haute, introduire 200 mg de fer pur (3.6) puis :

	0	0,5	1	1,5	2 ml de solution-fille
soit	0	0,05	0,1	0,15	0,20 mg de Mg
soit	0	0,025	0,05	0,075	0,10 % de Mg

- Traiter ces préparations de la même façon que l'échantillon (§ 5.1). La filtration n'est pas nécessaire.

6.DOSAGE

Les mesures se font par absorption atomique en utilisant les conditions suivantes pour le Perkin-Elmer "403" :

- Lampe à cathode creuse au magnésium
- $\lambda = 285 \text{ nm}$
- Fente 4
- Brûleur air acétylène
 - débit : air : 21 ml/min
 - : acétylène : 7 l/min

Etablir la courbe de l'absorbance en fonction de la concentration en magnésium.

7.EXPRESSION DES RESULTATS

Lire sur la courbe d'étalonnage la quantité de magnésium correspondant à la valeur de la mesure.
Le résultat sera exprimé en pourcentage de magnésium.