

ACIERS ET FONTES ALLIES ANALYSE QUANTITATIVE MULTIELEMENTS (ABSORPTION ATOMIQUE - FLUORESCENCE X)

Page 1/11

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 des éléments chrome, cobalt, cuivre, manganèse, molybdène, nickel, tungstène et vanadium dans les aciers et les fontes alliés. Deux procédés sont utilisés :

- Procédé A : pour le chrome, le cobalt, le manganèse, le molybdène, le nickel, le tungstène et le vanadium dans les aciers fortement alliés.
- Procédé B : pour le chrome, le cobalt, le cuivre, le manganèse, le molybdène, le nickel, le tungstène et le vanadium dans les aciers et les fontes alliés.

2.PRINCIPE

Après dissolution de l'alliage par un mélange d'acide perchlorique, chlorhydrique et phosphorique, la mesure se fait par absorption atomique.

Il est également possible de doser le tungstène par fluorescence X dans le cas du procédé A.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

3.2.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X

(facultatif pour procédé A).

3.3.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.4.FIOLES JAUGEES

de 100 et 500 ml.

3.5.ERLENMEYERS

de 300 ml.

3.6.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), d = 1,18.

4.3.ACIDE PERCHLORIQUE(HClO₄), d = 1,67.**4.4.ACIDE ORTHOPHOSPHORIQUE**(H₃PO₄) à 84 %.**4.5.SODIUM SULFATE**(Na₂SO₄) à 1 g/l.**4.6.LIQUIDE D'ATTAQUE**

Mélange de 500 ml d'acide perchlorique (4.3), de 300 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et de 270 ml d'acide orthophosphorique (4.4).

4.7.ACIERS TYPES BCS SERIE N° 481 A 486**4.8.ACIERS TYPES NBS SERIE N° 836 A 841****4.9.ACIER TYPE BCS 220/2**

Teneur en masse : Cr = 5,12 %, Co = 0,32 %, Mn = 0,30 %, Mo = 4,92 %, Ni = 0,12 %, V = 1,94 %, W = 6,97 %.

4.10.FONTE BLANCHE TYPE BCS 247/5

Teneur en masse : Cr = 0,14 %, Cu = 0,23 %, Mn = 0,48 %, Ni = 0,092 %.

4.11.POTASSIUM DICHROMATE(K₂Cr₂O₇).**4.12.FER**

(Fe) électrolytique.

4.13.FER PUR EN POUDRE DE JOHNSON MATTHEY**4.14.COALT**

(Co) métallique.

4.15.MANGANESE

(Mn) électrolytique à 99,9 %, en plaquettes.

4.16.MOLYBDENE

(Mo) en poudre.

4.17.NICKEL

(Ni) en poudre.

4.18.VANADIUM (V) EN FRAGMENTS**4.19.SOLUTIONS-ETALONS**

des éléments dissous dans l'eau (4.1) à 1 mg/ml.

Utiliser pour la préparation de ces solutions, de préférence les solutions suivantes :

4.19.1.CHROME (CR), SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 9948.

4.19.2.COALT (CO), SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 9986.

4.19.3.MANGANESE (MN), SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 9988.

4.19.4.MOLYBDENE (MO), SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 9926.

4.19.5.NICKEL (NI), SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 9989.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PROCEDE A

5.1.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Dans un erlenmeyer (3.5), attaquer 1 gramme d'échantillon par 40 ml de liquide d'attaque (4.6).
- Chauffer doucement jusqu'à dissolution complète, puis fortement jusqu'à apparition de fumées blanches perchloriques.
- Reprendre par 100 ml d'eau (4.1) bouillante. Agiter, filtrer la silice. Laisser refroidir, puis transvaser dans une fiole de 500 ml (3.4) dans laquelle on aura introduit au préalable 20 ml de sodium sulfate (4.5).
- Compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1) et homogénéiser. Le sodium sulfate supprime l'exaltation du signal du chrome provoquée par la présence du cobalt et réciproquement.

5.1.2.PREPARATION DE L'ETALONNAGE

5.1.2.1.Etalonnage avec aciers types

L'étalonnage se prépare à partir d'aciers types BCS (4.7) ou NBS (4.8) de la même façon que l'échantillon (voir § 5.1.1).

5.1.2.2.Etalonnage synthétique

Les aciers utilisés au § 5.1.2.1 ne contiennent pas les éléments manganèse et nickel.

C'est pourquoi, il est nécessaire de préparer un étalonnage synthétique sans tungstène, ce dernier n'étant pas stable.

Le chrome difficile à solubiliser est introduit sous la forme de potassium dichromate (4.11).

Les autres éléments : cobalt (4.14), manganèse (4.15), molybdène (4.16), nickel (4.17) et vanadium (4.18) sont à l'état métallique.

Préparer 4 ou 5 étalons avec les teneurs correspondant aux aciers analysés en complétant chaque fois au gramme par le fer électrolytique (4.12).

Pour les aciers fortement alliés, cet étalonnage synthétique ne peut être employé que pour le dosage du manganèse et du nickel, l'absence de tungstène ayant une influence sur les autres éléments.

Par contre, il peut être utilisé pour d'autres aciers ne contenant pas de tungstène.