

**ACIERS FAIBLEMENT ALLIES
ANALYSE QUANTITATIVE DU SILICIUM
(TORCHE A PLASMA)**

Page 1/3

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 silicium dans les aciers faiblement alliés de 0 à 1 % en masse.

2.PRINCIPE

Après mise en solution sulfurique de l'acier, la solution obtenue est analysée par torche à plasma.

3.APPAREILLAGE

3.1.TORCHE A PLASMA

(type Philips PV 8060).

3.2.BECHERS

de 250 ml en polytétrafluoréthylène.

3.3.FIOLES JAUGEES

de 200 ml en polytétrafluoréthylène.

3.4.PIPETTE JAUGEE ETALON

de 10 ml.

3.5.BAIN-MARIE

réglé à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.6.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.7.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE SULFURIQUE

(H_2SO_4), $d = 1,84$.

4.3.SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

mélange en volume : 1/5 d'acide (4.2) et 4/5 d'eau (4.1).

4.4.SOLUTION ETALON DE SILICIUM

(Si) à 1 g/l.

Utiliser de préférence pour la préparation de cette solution, la solution étalon "TITRISOL" de MERCK, référence 9947.

4.5.HYDROGENE PEROXYDE

(H₂O₂) en solution aqueuse à 30 % environ (110 volumes).

4.6.FER PUR EN COPEAUX

de JOHNSON - MATTEY.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'EPROUVETTE

- Peser 1 gramme d'acier à analyser à l'aide de la balance (3.6).
- L'introduire dans un bécher (3.2).
- Ajouter 40 ml de solution d'acide sulfurique (4.3) et recouvrir le bécher d'un verre de montre en polytétrafluoréthylène.
- Chauffer au bain-marie (3.5).
- Lorsque l'attaque est terminée, laisser refroidir.
- Ajouter 5 ml d'hydrogène peroxyde (4.5) pour parfaire l'attaque.
- Transvaser la solution obtenue dans une fiole (3.3) puis compléter à 200 ml avec de l'eau (4.1).

5.2.PREPARATION DE LA GAMME D'ETALONNAGE

- Peser cinq fois 1 gramme de fer (4.6) à l'aide de la balance (3.6).
- Les introduire respectivement dans 5 béchers (3.2).
- Procéder à l'attaque comme indiqué au § 5.1, mais en ajoutant 5 ml d'hydrogène peroxyde (4.5) juste après l'ajout de la solution d'acide sulfurique (4.3).
- Après l'attaque, transvaser les solutions ainsi obtenues respectivement dans 5 fioles (3.3).
- Ajouter respectivement à l'aide de la pipette (3.4) : 0 ml - 2,5 ml - 5 ml - 7,5 ml et 10 ml de la solution étalon de silicium (4.4).
- Homogénéiser ces solutions.

5.3.MESURES

Les mesures doivent être effectuées à l'aide de la torche à plasma (3.1) à la longueur d'onde de 651,611 nm.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

Ils sont exprimés directement en % massique de silicium.

7.REMARQUE

La validité de la méthode peut être contrôlée par des étalons types IRSID, nuance de l'acier et % massique du silicium certifiés.

8.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- la référence exacte de l'acier et le nom du fournisseur,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.