

FERRO - SILICIUM
DOSAGE DU CALCIUM ET DU MAGNESIUM
(ABSORPTION ATOMIQUE)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de définir le mode opératoire pour le dosage quantitatif par absorption atomique du calcium et du magnésium dans les :

- Ferrosilicium pour inoculer les fontes grises Ca : 0,5 à 1,5 %
- Ferrosilicium pour traitement des fontes GS Ca : 3,0 à 5,0 %
Mg : 5,0 à 15 %

2.PRINCIPE

Dosage par absorption atomique après mise en solution perchlorique et éventuellement fusion du résidu s'il en subsiste un après attaque.

3. REACTIFS

- Acide nitrique N/5 pour analyses.
- Acide fluorhydrique à 40 % pour analyses.
- Acide perchlorique concentré pour analyses.
- Sulfate acide de potassium pour analyses.
- Solution de perchlorate de lanthane :
 - Peser 23,46 g de lanthane, ajouter un peu d'eau. Dissoudre avec 40 ml d'acide perchlorique. Refroidir.
 - Amener à 500 ml en fiole jaugée avec de l'eau distillée.
- Solution de chlorure de strontium :
 - Dissoudre 45 g de chlorure de strontium ($\text{Sr Cl}_2, 6 \text{ H}_2 \text{ O}$) dans de l'eau distillée. Amener à 200 ml en fiole jaugée.
- Solution de magnésium :
 - Solution à 20 mg/ml de magnésium faite par dissolution du sulfate de magnésium dans l'eau.

4. APPAREILLAGE

- Spectrophotomètre d'absorption atomique à double faisceau équipé de brûleurs air-acétylène et protoxyde d'azote-acétylène.
- Fiole jaugée avec bouchon en verre.

5.ECHANTILLONNAGE

Prélever au moins 1 kg de ferrosilicium en prenant des morceaux moyens (éviter la poudre et les morceaux les plus gros). Broyer finement et faire des prélèvements successifs par la méthode des secteurs. La poudre donnée pour l'analyse devra être très fine et bien homogène.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.MISE EN SOLUTION

FERRO - SILICIUM - DOSAGE DU CALCIUM ...	D30 5033	2/5
---	-----------------	-----

- Peser 100 mg d'échantillon finement broyé et transvaser soigneusement dans un bécher en Téflon. Attaquer avec précaution par 15 ml d'acide nitrique N/5 et porter sur bain de sable. Ajouter quelques gouttes d'acide fluorhydrique. Laisser agir et recommencer l'opération (25 à 40 gouttes au total).
- Ajouter alors 2 ml d'acide perchlorique et amener à fumées blanches pour chasser l'acide fluorhydrique. Ajouter à nouveau 2 ml d'acide perchlorique et maintenir les fumées blanches jusqu'à obtention d'un résidu sirupeux. Ne pas chauffer trop fort car le résidu se reprendrait mal.
- Retirer du bain de sable. Reprendre par 15 ml d'eau et 2 ml d'acide perchlorique. Filtrer sur filtre à filtration moyenne en rinçant à l'eau chaude. Garder le filtrat N° 1. Sécher le filtre à l'étuve et calciner sur bec (en creuset de platine) puis au four à 800 °C. Faire une fusion sur le résidu calciné avec 3 g de sulfate acide de potassium.
- Le produit de fusion est dissous dans 15 ml d'eau. Chauffer légèrement pour parfaire la dissolution. Précipiter le perchlorate de potassium par 3 ml d'acide perchlorique et l'éliminer par filtration sur filtre "Millipore Mitex".
- Laver le précipité avec une solution froide d'acide perchlorique à 10 % (environ 40 ml). Réunir ce filtrat N° 2 au filtrat N° 1 et amener à 100 ml en fiole jaugée. On obtient ainsi la solution A à partir de laquelle on peut doser calcium et magnésium.

6.2.DOSAGE DU CALCIUM

6.2.1.ECHANTILLON

- Prélever 10 ml de solution A. Ajouter 10 ml de solution de lanthane, 10 ml de solution de magnésium et amener à 100 ml en fiole jaugée.
- Le prélèvement de 10 ml convient pour les teneurs en calcium comprises entre 1 et 2,5 %.
- Pour les teneurs inférieures à 1,0 %, prélever 20 ml.
- Pour les teneurs supérieures à 2,5 %, prélever 5 ml.