

FERROSILICIUMS DOSAGE DU STRONTIUM (FLUORESCENCE X)

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination du strontium dans les ferrosiliciums.

2.PRINCIPE

La prise d'essai est attaquée par un mélange d'acides avec transformation en sulfates qui sont remis en solution par un fondant au borax afin d'obtenir une perle analysable par fluorescence X.

3.APPAREILLAGE

- Spectromètre de fluorescence X type SIEMENS SRS 200.
- Four à moufle.
- Creuset et coupelle en OPR3 (Pt - Au - Rh).

4.REACTIFS

4.1.ACIDE NITRIQUE

qualité pour analyse.

4.2.ACIDE NITRIQUE 0,2 N

qualité pour analyse.

4.3.ACIDE FLUORHYDRIQUE

qualité pour analyse.

4.4.ACIDE SULFURIQUE 0,5 N

qualité pour analyse.

4.5.IODURE DE POTASSIUM

qualité pour analyse.

4.6.CHLORURE DE STRONTIUM

$\text{Sr Cl}_2, 6 \text{ H}_2\text{O}$, qualité pour analyse.

4.7.FER EN POUDRE

4.8.SILICE PURE

4.9.FONDANT TYPE IRSID

(tétraborate de lithium - oxyde de lanthane - oxyde de béryllium).

5.MODE OPERATOIRE

- Prélever 300 mg de poudre de ferrosilicium broyée finement.
- Attaquer par 15 ml d'acide nitrique (4.1) et de l'acide fluorhydrique (4.3) goutte à goutte, dans un bécher en polytétrafluoréthylène.
- Lorsque la solution est claire, la transvaser dans un creuset en OPR3.
- Ajouter 1 ml d'acide sulfurique 0,5 N (4.4).
- Aller à sec jusqu'à fin de fumées blanches.
- Porter au rouge sur bec MECKER.

Exécution de la perle :

- Introduire 15 g de fondant (4.9) + 150 g de iodure de potassium (4.5) dans le creuset et le mettre au four à moufle à 1100 °C pendant une demi-heure environ, en agitant plusieurs fois durant la fusion pour homogénéiser l'ensemble.
- Couler dans une coupelle en OPR3, portée au rouge clair sur bec.
- Couper le chauffage immédiatement.
- Démouler la perle à froid.

6.ETALONNAGE

Etablir une gamme d'étalonnage de la façon suivante :

- Exécuter trois perles contenant chacune 75 mg de fer (4.7) et 480 mg de silice (4.8) (valeurs correspondant à un ferrosilicium à 25 % de fer et 75 % de silicium calculées pour 300 mg d'échantillon).
- Puis, ajouter respectivement :
 - 0,4 % de strontium soit 3,65 mg de chlorure de strontium (4.6),
 - 0,8 % de strontium soit 7,3 mg de chlorure de strontium (4.6),
 - 1,2 % de strontium soit 10,95 mg de chlorure de strontium (4.6).
- Opérer comme pour l'échantillon.
- Un essai à blanc est effectué avec 15 g de fondant (4.9) et 150 mg de iodure de potassium (4.5).