

ACIERS DOSAGE DU NIOBIUM (FLUORESCENCE X)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet le dosage du niobium dans les aciers peu alliés et fortement alliés.

2.PRINCIPE

La solution obtenue par attaque du métal en milieu nitrique est mélangée à de la cellulose. L'ensemble est ensuite séché, puis en présence de cire, broyé, pastillé puis analysé par fluorescence X.

3.REACTIFS

3.1.ACIDE NITRIQUE

pour analyses, $d = 1,38$.

3.2.ACIDE FLUORHYDRIQUE

pour analyses, à 40 %, $d = 1,13$.

3.3.CELLULOSE MICROCRISTALLINE

3.4.CIRE EN MICROPOUDRE

(Hoechst Wax) référence SIEMENS C1 M 35055 A 1901.

3.5.FER PUR ELECTROLYTIQUE

Johnson Matthei.

3.6.NIOBIUM EN POUDRE

Merck.

3.7.NITRATE DE STRONTIUM

à 4 g/l.

3.8.SERIE D'ETALONS

pour spectro à teneurs variables en niobium (SS 456 à SS 460 par exemple).

4.MATERIEL

- Matériel courant de laboratoire.
- Bêchers en téflon de 250 ml.
- Presse à pastiller.
- Mélangeur genre Spex (si possible).
- Etuve.
- Spectromètre de fluorescence X.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.ACIERS FAIBLEMENT ALLIES

5.1.1.MISE EN SOLUTION

- Attaquer au bain de sable 1 g d'échantillon par 20 ml de HNO_3 au 1/2 dans un bécher en téflon.
- Réduire le volume jusqu'à 10 ml environ.
- Ajouter 3 g de cellulose et remuer de façon à l'imbiber le mieux possible.
- Porter le tout à l'étuve à 80 °C pendant une nuit (12 heures minimums).
- Récupérer le mélange formé, ajouter 1 g de cire et broyer pendant 10 minutes au mixeur "SPEX".
- Pastiller ensuite pendant 20 secondes sous 20 tonnes.

5.1.2.ETALONNAGE

5.1.2.1.Solution-mère

Attaquer 500 mg de niobium pur par le minimum d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique dans un bécher en téflon, puis ajuster à 100 ml dans une fiole en plastique.

1 ml --> 5 mg Nb

5.1.2.2.Solution-fille

Prélever à la pipette 20 ml de la solution-mère, les introduire dans une fiole jaugée en plastique de 100 ml. Ajuster.

1 ml --> 1 mg Nb

5.1.2.3.Préparation des étalons

De la même façon qu'au § 5.1.1, attaquer une série d'étalons synthétiques composés par 1 g de fer dans lesquels seront ajoutées des quantités connues de niobium de la solution-fille de façon à obtenir la gamme d'étalonnage désirée, par exemple :

	0	0,5	1	1,5	2 ml
correspondant à	0	0,05	0,10	0,15	0,20 % Nb
	0	1	2	3	4
correspondant à	0	0,10	0,20	0,30	0,40
					5 ml
					0,50 % Nb

Après attaque, ajouter la cellulose, sécher, puis broyer et pastiller après avoir mélangé avec la cire.