

**ELECTRODES EN CUIVRE
ANALYSE QUANTITATIVE DU CHROME, DU FER,
DU PLOMB ET DU ZIRCONIUM (TORCHE A PLASMA)**

Page 1/5

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 chrome, du fer, du plomb et du zirconium dans les électrodes en cuivre.

2.PRINCIPE

Après mise en solution de l'échantillon par un mélange d'acides et une fusion, procéder à son analyse par la torche à plasma (ICP).

3.APPAREILLAGE

3.1.TORCHE A PLASMA

3.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.3.FOUR

pouvant être maintenu à $1000\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.4.ETUVE

3.5.CAPSULE EN PLATINE

3.6.PAPIERS-FILTRES RAPIDES

de WHATMANN, référence 41.

3.7.BECHERS

de 200 ml en polytétrafluoréthylène.

3.8.BECHERS

de 250 ml en verre Pyrex.

3.9.FIOLES JAUGEES

de 100 ml.

3.10.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), $d = 1,19$.

4.3.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), $d = 1,40$.

4.4.ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), $d = 1,13$.

4.5.ACIDE SULFURIQUE

(H₂SO₄), $d = 1,83$, dilué à 50 % en volume dans de l'eau (4.1).

4.6.POTASSIUM HYDROGENOSULFATE PUR

(KHSO₄).

4.7.CUIVRE EN COPEAUX

(Cu) à 99,98 % de pureté.

4.8.ETALONS

d'éléments dissous dans l'eau à 1 mg/ml.

Utiliser par exemple pour le :

4.8.1.CHROME (CR), LA SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 19779

4.8.2.FER (FE), LA SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 19781

4.8.3.PLOMB (PB), LA SOLUTION "TITRISOL" DE MERCK, REFERENCE 19776

4.8.4.ZIRCONIUM (ZR), LA SOLUTION DE JOHNSON MATTHEY

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'EPROUVETTE

- Peser 1 gramme de produit à analyser à l'aide de la balance (3.2) et l'introduire dans un bécher (3.7).
- Attaquer le produit avec un mélange de 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.4).
- L'attaque terminée, ajouter 5 ml d'acide sulfurique (4.5) et amener à sec, chauffer jusqu'à disparition des fumées blanches.
- Reprendre avec de l'eau (4.1) à chaud.
- Procéder, si nécessaire, à une filtration à chaud sur un papier-filtre (3.6). Rincer à l'eau (4.1) chaude et garder le filtrat dans une fiole (3.9).
- Placer ce papier-filtre dans une capsule (3.5) et sécher à l'étuve (3.4).
- Calciner sur bec Bunsen, puis au four (3.3) pendant un quart d'heure.
- Faire une fusion du résidu avec 1 gramme de potassium hydrogénosulfate (4.6) sur bec Bunsen.
- Reprendre finalement avec de l'eau (4.1) et un peu d'acide chlorhydrique (4.2).
- Transvaser dans la fiole (3.9) contenant le filtrat et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).