

**ACIERS ET FONTES
ANALYSE QUANTITATIVE DU MAGNESIUM
ET DU MANGANESE (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 magnésium et du manganèse dans les aciers et les fontes.

2.PRINCIPE

L'analyse est effectuée par la torche à plasma (I.C.P.) sur le filtrat plus le résidu obtenu après filtration du produit de dissolution, de l'acier ou de la fonte, après attaque à l'aide d'un mélange d'acides. Ce résidu étant mis en solution après calcination et fusion par reprise acide.

3.APPAREILLAGE

3.1.TORCHE A PLASMA

3.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.3.FOUR

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

3.4.CAPSULE EN PLATINE

3.5.PAPIERS FILTRES RAPIDES

de WHATMAN référence 41.

3.6.BECHERS

de 250 ml en verre Pyrex.

3.7.FIOLES JAUGEES

de 100 ml.

3.8.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 = 1,18, de MERCK, référence 318.1000.

4.3.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE

Acide chlorhydrique (4.2) dilué à 50 % en volume avec de l'eau (4.1).

4.4.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃) : d = 1,10, de MERCK, référence 441.1000.

4.5.SOLUTION D'ACIDE NITRIQUE

Acide nitrique (4.4) dilué à 50 % en volume avec de l'eau (4.1).

4.6.ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF) : d = 1,13, de MERCK, référence 335.0500.

4.7.ACIDE SULFURIQUE

(H₂SO₄) : d = 1,84.

4.8.POTASSIUM HYDROGENOSULFATE PUR

(KHSO₄).

4.9.FER PUR

(Fe) en poudre, de JOHNSON MATTHEY, référence 94300.

4.10.SOLUTION ETALON DE MAGNESIUM

(Mg) à 1 mg/ml.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9949.

4.11.SOLUTION ETALON DE MANGANESE

(Mn) à 1 mg/ml.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9988.

5.MODE OPERATOIRE**5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON**

- Peser 1 gramme de produit à analyser à l'aide de la balance (3.2) et l'introduire dans un bécher (3.6).
- Attaquer le produit avec un mélange de 20 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml de solution d'acide nitrique (4.5).
- L'attaque terminée, procéder à une filtration sur un papier filtre (3.5), rincer à l'eau (4.1), et garder le filtrat dans une fiole (3.7).
- Placer ce papier filtre dans une capsule (3.4).
- Calciner sur bec Bunsen, puis au four (3.3) pendant 15 minutes.
- Ajouter environ 15 gouttes d'acide fluorhydrique (4.6) et environ 10 gouttes d'acide sulfurique (4.7).
- Amener à fumées blanches sur bain de sable, puis mettre au four (3.3) pendant 15 minutes.
- Faire une fusion du résidu avec 1 gramme de potassium hydrogénosulfate (4.8) sur bec Bunsen.
- Reprendre finalement avec de l'eau (4.1) et un peu d'acide chlorhydrique (4.2).
- Transvaser dans la fiole (3.7) contenant le filtrat et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

5.2.PREPARATION DE LA GAMME D'ETALON

- Peser trois fois 1 gramme de fer (4.9) à l'aide de la balance (3.2).
- Les introduire dans une série de béchers (3.6).
- Attaquer par 20 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.3) et par 10 ml d'acide nitrique (4.5).
- L'attaque terminée, ajouter 1 gramme de potassium hydrogénosulfate (4.8) dans chaque bécher.