

**FONTES
DOSAGE DU TELLURE ET DU SELENIUM
(FLUORESCENCE X)**

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet le dosage du tellure et du sélénium dans les fontes.
Il s'agit d'un dosage de traces de l'ordre de 0 à 100 ppm.
Limite de détection du tellure : 1 ppm, du sélénium : 3 ppm.

2.PRINCIPE

Après mise en solution, les acides tellureux et sélénieux sont réduits à l'état de métal, en milieu acide fort et réducteur, avec addition d'un entraîneur (sélénium pour dosage du tellure et tellure pour dosage du sélénium).
Les particules métalliques en suspension sont filtrées sur filtre MILLIPORE et le dosage est effectué par comptage des impulsions dues à l'émission de fluorescence X du tellure et du sélénium, directement sur le filtre.

3.APPAREILLAGE

3.1.FILTRES MILLIPORE

référence BD WP 04700.

3.2.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X

3.3.ANNEAU DE PLASTIQUE SPECIAL

pour maintien des échantillons en place (fourniture SIEMENS).

3.4.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

4.1.TELLURE EN POUDRE

à 99,5 %.

4.2.SELENIUM EN POUDRE

à 99,9 %.

4.3.ACIDE NITRIQUE

4.4.ACIDE PERCHLORIQUE

qualité pour analyse.

4.5.ACIDE CHLORHYDRIQUE

4.6.CHLORHYDRATE D'HYDROXYLAMINE

qualité pour analyse.

4.7.CHLORURE STANNEUX

qualité pour analyse.

Solution à 1 g/ml dans HCl (4.5).

4.8.SULFATE DE CUIVRE

qualité pour analyse.

Solution à 15 mg/ml de Cu.

4.9.MELANGE D'ATTAQUE

- Acide perchlorique (4.4) 200 ml.
- Acide nitrique (4.3) 100 ml.
- Eau distillée 100 ml.

5.MODE OPERATOIRE

- Procéder à deux attaques par échantillon.
- Attaquer dans un bécher de 250 ml, 2 g de copeaux dégraissés, par 30 ml du mélange (4.9).
- Après attaque complète, amener à fumées blanches perchloriques et les maintenir cinq minutes. Refroidir.
- Reprendre par 25 ml d'acide chlorhydrique (4.5) dilué au demi. Chauffer sans aller à ébullition et filtrer sur filtre rouge la silice. Rincer le filtre par quelques millilitres d'acide chlorhydrique, dilué au dixième, chaud puis à l'eau chaude.
- Faire réduire le filtrat à 50 ml en ayant bien soin d'éviter l'ébullition.
- Un des filtrats A sert pour le dosage du tellure ; y ajouter 1 ml d'une solution à 100 µg/ml de sélénium (entraîneur).
- L'autre filtrat B sert pour le dosage du sélénium ; y ajouter 1 ml d'une solution à 100 µg/ml de tellure (entraîneur).
- Ajouter ensuite à chaque filtrat 1 ml de la solution de sulfate de cuivre (4.8) puis 8 g de chlorhydrate d'hydroxylamine (4.6).
- Faire bouillir 5 minutes. Laisser refroidir.
- Ajouter 10 ml de chlorure stanneux (4.7) filtré au préalable sur filtre MILLIPORE (3.1). Agiter.
- Laisser reposer 20 minutes. Filtrer sur filtre MILLIPORE (3.1) en rinçant à l'eau pour éliminer toutes traces d'acide sur le filtre. Sécher ce dernier 30 minutes à l'étuve à 70 °C.