

ACIERS ALLIES

MICROANALYSE QUANTITATIVE NON DESTRUCTIVE (ABSORPTION ATOMIQUE ET COLORIMETRIE)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant une analyse chimique par prélèvement d'une faible quantité de matière sur des pièces de grandes dimensions, d'usinage coûteux (tels que broches, outils, pièces de robots, etc.) et sur lesquelles il n'est pas procédé à des prélèvements habituels destructifs afin de pouvoir garder intact leurs propriétés fonctionnelles et donc en permettre leur utilisation.

Tous les éléments présents dans l'alliage sont dosés par application des méthodes d'analyse de traces.

2.PRINCIPE

Le prélèvement de l'acier allié est fait par ponçage avec un abrasif à base d'alumine pure, puis récupération de la poudre, suivi d'une attaque acide.

Le dosage des éléments est fait par absorption atomique et par colorimétrie.

Deux types d'identification peuvent être utilisés.

- Identification à partir du pourcentage de chaque élément contenu dans le prélèvement en déterminant :
 - la masse de chaque élément de l'alliage, soit $m_1, m_2, \dots$ cette masse en milligrammes,
 - la masse totale de tous les éléments de l'alliage ($m_1 + m_2 + \dots$) = M_T en milligrammes,
 - pour chaque élément de l'alliage le rapport suivant :

$$\frac{\text{masse d'un élément de l'alliage}}{\text{masse totale de tous les éléments de l'alliage}} \cdot 100 = \frac{m_1}{M_T} \cdot 100 = A_1$$

- Identification à partir du rapport d'au moins deux éléments suffisamment caractéristiques en effectuant le rapport suivant :

$$\frac{\text{masse de l'élément caractéristique 1}}{\text{masse de l'élément caractéristique 2}} = \frac{m_1}{m_2} = B$$

et en comparant ensuite B aux rapports calculés avec un alliage de même nuance que celui à identifier.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE OU TORCHE A PLASMA

3.2.COLORIMETRE

3.3.ERLENMEYERS

de 150 ml, col haut.

3.4.FIOLES

de 25 ml et de 50 ml.

3.5.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

3.6.ABRASIF A BASE D'ALUMINE

référence BW/RP P 80 E (Fournisseur HERMES).

3.7.PINCEAU OU BLAIREAU**3.8.FILTRE LENT****4.REACTIFS**

Tous les réactifs indiqués ci-dessous doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DISTILLEE**4.2.ACIDE PERCHLORIQUE**

(HClO₄), d = 1,67.

4.3.ACIDE SULFURIQUE

(H₂SO₄), d = 1,83.

4.4.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), d = 1,18.

4.5.ACIDE PHOSPHORIQUE

(H₃PO₄), d = 1,70.

4.6.ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), d = 1,13.

4.7.TRICHLORO-1,1,1 ETHANE**4.8.LIQUEUR D'ATTAQUE**

obtenue par le mélange suivant :

- acide (4.2) : 19 ml,
- acide (4.4) : 11 ml,
- acide (4.5) : 10 ml.

4.9.SODIUM SULFATE

(Na₂SO₄) à 1 g/litre.

4.10.POTASSIUM PERMANGANATE

(KMnO₄).

Mettre 0,5714 gramme dans 10 ml d'eau (4.1) chaude.

Filtrer si nécessaire et après refroidissement, diluer à 100 ml avec de l'eau (4.1).

4.11.EAU OXYGENEE

(H₂O₂) à 110 volumes.

4.12.SODIUM THIOCYANATE

(NaSCN, 2H₂O) à 480 g/litre.

4.13.ETAIN (II) CHLORURE

(SnCl₂, 2H₂O).

4.14.SOLUTION D'ETAIN (II) CHLORURE

Dissoudre à chaud 200 grammes d'étain (II) chlorure (4.13) dans 500 ml d'acide (4.4).

Refroidir et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

La solution ne se conserve pas.

4.15.SODIUM WOLFRAMATE

(Na_2WO_4 , $2\text{H}_2\text{O}$).

4.16.SOLUTION DE TUNGSTENE

à 1 g/litre.

Peser 1,794 gramme de sodium wolframate (4.15).

Dissoudre dans l'eau (4.1) et compléter à 100 ml.

4.17.ACIDE SULFURIQUE

1 volume d'acide (4.3) plus 15 volumes d'eau (4.1).

4.18.TITANE (III) CHLORURE

(TiCl_3) en solution aqueuse à 15 %, d = 1,20.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Dégraisser la pièce avec le trichloro-1,1,1 éthane (4.7) et la sécher.
- Poncer la pièce en utilisant le papier abrasif (3.6) de dimensions 40 x 40 mm. Récupérer la poudre à l'aide du pinceau (3.7).
- Peser la poudre. La quantité de poudre récupérée doit être au minimum de 25 mg.
- Introduire celle-ci dans un erlenmeyer (3.3).

5.2.DOSAGE PAR ABSORPTION ATOMIQUE

des éléments suivants : Cr, V, Ni, Mo, Co et Mn.

- Attaquer la poudre par 2 ml de liqueur d'attaque (4.8).
- Chauffer progressivement sans mettre de verre de montre et sans laisser fumer, temps d'attaque environ 10 minutes.
Laisser refroidir.
- Transvaser dans une fiole de 25 ml (3.4) dans laquelle on a introduit 1 ml de sodium sulfate (4.9).
Ajuster avec de l'eau (4.1) et homogénéiser.
- L'étalonnage et les conditions d'analyse sont décrites en annexe (dosage des éléments Cr, W, V, Mo, Co, Mn, Ni).
- Déterminer la masse de fer contenue dans la fiole de 25 ml par absorption atomique en effectuant un étalonnage approprié avec la liqueur d'attaque (4.8).

5.3.DOSAGE DU TUNGSTENE EN PRESENCE DE MOLYBDENE PAR COLORIMETRIE

- Attaquer la poudre par 4 ml de liqueur d'attaque (4.8) dans un erlenmeyer (3.3) et réduire à petit volume.
- Refroidir et diluer dans une fiole de 50 ml (3.4) avec de l'eau (4.1).
- Filtrer à l'aide d'un filtre (3.8).
- Prélever 10 ml du filtrat dans 2 fioles jaugées de 25 ml (3.4) (1 témoin, 1 essai).

5.3.1.DANS LE TEMOIN

- Ajouter 7,5 ml d'acide sulfurique (4.17), 1 goutte de solution de potassium permanganate (4.10), après deux minutes, ajouter 2 gouttes d'eau oxygénée (4.11).
- En présence de titane, ajouter encore 1 goutte d'acide fluorhydrique (4.6).
- Mélanger.
- Ajuster avec de l'eau (4.1).
- Agiter.