

INOCULANTS POUR FONTES - ANALYSE QUANTITATIVE DE L'ALUMINIUM, DU BARYUM, DU FER, DU MAGNESIUM, DU MANGANESE, DU TITANE (ABSORPTION ATOMIQUE)

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 l'analyse quantitative de l'aluminium, du baryum, du fer, du magnésium, du manganèse et du titane dans les inoculants pour fontes (catalyseurs de germination).

Pour le dosage des autres éléments cités ci-dessous, se reporter aux méthodes d'essai correspondantes :

- calcium, cérium et lanthane (voir méthode d'essai D30 5325),
- silicium (voir méthode d'essai D30 5326),
- strontium (voir méthode d'essai D30 5327),
- zirconium (voir méthode d'essai D30 5328).

2.PRINCIPE

Dosage par absorption atomique après mise en solution nitrique, fluorhydrique.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROPHOTOMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

avec lampes à cathodes creuses à l'aluminium, au baryum, au fer, au magnésium, au manganèse et au titane.

3.2.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.3.BROYEUR MELANGEUR

(à titre indicatif type SPEX).

3.4.BAIN DE SABLE AVEC PLAQUE D'AMIANTE

3.5.FOUR

pouvant être maintenu à 1100 °C.

3.6.BEC BUNSEN

3.7.CAPSULE EN PLATINE

3.8.BECHER EN POLYTETRAFLUORETHYLENE

de 200 ml.

3.9.BECHER

de 400 ml.

3.10.FIOLES JAUGEES EN PLASTIQUE

de 100 et 200 ml.

3.11.PIPETTES GRADUEES

de 1 - 2 - 5 et 10 ml.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), d = 1,42, dilué à 20 % (v/v) avec de l'eau (4.1).

4.3.ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), d = 1,13.

4.4.ACIDE SULFURIQUE

(H₂SO₄), d = 1,83, dilué à 50 % (v/v) avec de l'eau (4.1).

4.5.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), d = 1,19.

4.6.SODIUM CARBONATE

(Na₂CO₃).

4.7.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml d'aluminium.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9967.

4.8.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml de baryum.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9968.

4.9.SOLUTION ETALON

à 0,1 mg/ml de baryum.

Prélever à l'aide d'une pipette de 10 ml (3.11), 10 ml de la solution (4.8), les introduire dans une fiole de 100 ml (3.10) et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

4.10.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml de fer.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9972.

4.11.SOLUTION ETALON

à 0,1 mg/ml de fer.

Prélever à l'aide d'une pipette de 10 ml (3.11), 10 ml de la solution (4.10), les introduire dans une fiole de 100 ml (3.10) et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

4.12.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml de magnésium.

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

4.13.SOLUTION ETALON

à 25 µg/ml de magnésium.

Prélever à l'aide d'une pipette de 5 ml (3.11), 5 ml de la solution (4.12), les introduire dans une fiole de 200 ml (3.10) et compléter à 200 ml avec de l'eau (4.1).

4.14.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml de manganèse.

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

4.15.SOLUTION ETALON

à 1 mg/ml de titane.

Utiliser de préférence la solution étalon "Titrisol" de MERCK, référence 9946.

4.16.FER PUR

(Fe) en poudre.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Prélever environ 500 grammes d'inoculant et broyer finement à l'aide d'un broyeur adapté.
- Faire des prélèvements successifs par la méthode des secteurs.
Le prélèvement donné pour l'analyse doit être fin et homogène.
- Rebroyer ce prélèvement pendant 10 minutes dans le broyeur mélangeur (3.3).

5.2.PREPARATION DE LA SOLUTION D'ATTAQUE

- Peser 1 gramme de poudre, rebroyée dans le broyeur mélangeur (3.3), à l'aide de la balance (3.2) et l'introduire dans un bécher (3.8).
- Attaquer par 30 ml d'acide nitrique (4.2).
- Ajouter de l'acide fluorhydrique (4.3), goutte à goutte, jusqu'à clarification complète.
- Transvaser dans une capsule (3.7) et ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.4).
- Amener à fumées blanches sur le bain de sable (3.4) puis sur le bec (3.6) jusqu'à cessation des fumées blanches.
- Ajouter 5 grammes de sodium carbonate (4.6) et faire fondre doucement sur le bec (3.6).
- Introduire la capsule (3.7) dans le four (3.5) et la laisser pendant 1 heure.
- La sortir du four et la laisser refroidir.
- Reprendre par 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5) à chaud en introduisant la capsule dans le bécher (3.9).
- Retirer la capsule lorsque tout est solubilisé.
- Rincer à l'eau (4.1), homogénéiser et mettre dans une fiole de 100 ml (3.10) et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).