

**INOCULANTS POUR FONTES  
ANALYSE QUANTITATIVE DU CALCIUM, DU CERIUM  
ET DU LANTHANE (FLUORESCENCE X)**

Page 1/5

**SANS RESTRICTION D'UTILISATION**

## **1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode a pour objet la détermination d'un mode opératoire permettant l'analyse quantitative du calcium, du cérium et du lanthane dans les inoculants pour fontes (catalyseurs de germination).

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

- Aluminium, baryum, fer, magnésium, manganèse et titane (voir méthode d'essai D30 5324).
- Silicium (voir méthode d'essai D30 5326).
- Strontium (voir méthode d'essai D30 5327).
- Zirconium (voir méthode d'essai D30 5328).

## **2.PRINCIPE**

Après attaque nitrique, fluorhydrique, l'échantillon est repris par fusion dans une perle au borax sur laquelle on compte les impulsions, dues à l'élément, en fluorescence X.

## **3.APPAREILLAGE**

### **3.1.SPECTROPHOTOMETRE DE FLUORESCENCE X**

(par exemple type SRS 200 de SIEMENS).

### **3.2.FOUR A MOUFLE**

capable de maintenir constante une température de 1100 °C.

### **3.3.BALANCE**

au dixième de milligramme près.

### **3.4.BAIN DE SABLE**

### **3.5.BEC BUNSEN**

### **3.6.BECHERS EN POLYTETRAFLUORETHYLENE**

de 100 ml.

### **3.7.CREUSET ET COUPELLE EN OR, PLATINE ET RHODIUM**

### **3.8.PIPETTE**

de 10 ml.

## 4. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

### 4.1. EAU DEMINERALISEE

### 4.2. ACIDE NITRIQUE

Un volume d'acide et quatre volumes d'eau (4.1).

### 4.3. ACIDE FLUORHYDRIQUE

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

### 4.4. ACIDE SULFURIQUE

( $H_2SO_4$ ),  $d = 1,84$ , dilué à 50 % en volume avec de l'eau (4.1).

### 4.5. FONDANT

Di-lithium tétraborate ( $Li_2B_4O_7$ ).

### 4.6. POTASSIUM IODURE

(KI)

## 5. MODE OPERATOIRE

### 5.1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Peser 300 mg d'inoculant à l'aide de la balance (3.3).
- Les introduire dans un bécher (3.6) et ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.2) à l'aide de la pipette (3.8).
- Ajouter de l'acide fluorhydrique (4.3), goutte à goutte, jusqu'à dissolution complète.
- Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.4) puis amener à sec, jusqu'à cessation des fumées blanches, sur le bain de sable (3.4).
- Porter quelques minutes, au rouge, sur le bec (3.5).
- Laisser refroidir et ajouter 12 grammes de fondant (4.5) ainsi que 100 mg de potassium iodure (4.6) et porter au four (3.2).
- Laisser 30 minutes en homogénéisant toutes les 10 minutes.
- Couler sur une coupelle (3.7) portée au rouge.

### 5.2. DOSAGE DU CALCIUM

Le dosage du calcium est effectué sur la perle de fondant (4.5) par rapport à des perles étalons faites à partir d'un ferrosilicium à teneur connue et inférieure à 1 % en calcium, avec les conditions suivantes valables pour le SRS 200 de SIEMENS :

- Cristal LiF 100.
- Générateur 50 kV, 35 mA.
- Collimateur : 0,15.
- $2\theta = 113,072^\circ$ .