

INOCULANTS POUR FONTES ANALYSE QUANTITATIVE DU SILICIUM (ABSORPTION ATOMIQUE)

Page 1/4

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 silicium contenu 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).
- Calcium, cérium et lanthane (voir méthode d'essai D30 5325).
- 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 lampe à cathode creuse au silicium.

3.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.3.BROYEUR MELANGEUR

(à titre indicatif type SPEX).

3.4.FIOLES JAUGEES EN PLASTIQUE

de 100 ml.

3.5.PIPETTE EN PLASTIQUE

de 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.

4.3.ACIDE FLUORHYDRIQUE

(HF), d = 1,13.

4.4.SILICIUM METAL PUR

à 99,99 %.

4.5.SOLUTION ETALON DE SILICIUM

à 1 mg/ml.

- Peser 100 mg de silicium (4.4) à l'aide de la balance (3.2), les introduire dans une fiole (3.4).
- Attaquer par 10 ml d'acide nitrique (4.2) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.3).
- Après attaque à froid, compléter le volume à 100 ml avec de l'eau (4.1).

5.MODE OPERATOIRE

5.1.ECHANTILLONNAGE

- 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.PRELEVEMENT A ANALYSER

- Peser 100 milligrammes de poudre d'échantillon rebroyée dans le broyeur mélangeur (3.3) à l'aide de la balance (3.2) et les introduire dans une fiole (3.4).
- Attaquer par un mélange de 10 ml d'acide nitrique (4.2) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.3) prélevés à l'aide de la pipette (3.5).
- Après attaque à froid, compléter le volume à 100 millilitres avec de l'eau (4.1).
- Prélever 10 ml de la solution d'attaque à l'aide de la pipette (3.5), les introduire dans une fiole (3.4).
- Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.2) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.3).
- Compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).

5.3.ANALYSE

Effectuer la mesure de l'absorbance en absorption atomique dans les conditions suivantes :

- Longueur d'onde : 251,6 nm.
- Bande passante : 0,2 m.
- Flamme : protoxyde d'azote-acétylène. Les lectures se font avec une flamme très chaude.

5.4.ETALONNAGE

- Verser respectivement dans 3 fioles (3.4), 5 - 7 et 10 ml de solution étalon (4.5).
- Ajouter dans chaque fiole 10 ml d'acide nitrique (4.2) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.3), compléter le volume à 100 ml avec de l'eau (4.1). Cette gamme correspond respectivement à 50 - 70 et 100 % en masse de silicium.

Nota : La gamme étalon ne se conserve pas. La refaire à chaque nouvelle analyse.

5.5.ESSAI A BLANC

L'essai à blanc est effectué à l'aide d'un mélange de 10 millilitres d'acide nitrique (4.2) et de 10 millilitres d'acide fluorhydrique (4.3) introduit dans une fiole (3.4) à l'aide de la pipette (3.5) et complété à 100 millilitres avec de l'eau (4.1).

6.EXPRESSION DES RESULTATS

Tracer la courbe de l'absorbance en fonction des concentrations en masse de silicium.

La valeur relevée sur la courbe d'étalonnage exprime directement le pourcentage en masse de silicium contenu dans l'échantillon.