

INOCULANTS POUR FONTES ANALYSE QUANTITATIVE DU ZIRCONIUM (ABSORPTION ATOMIQUE ET SPECTROCOLORIMETRIE)

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 du zirconium dans les inoculants pour fontes (catalyseurs de germination).

Deux procédés peuvent être utilisés :

- Procédé A :

Analyse par absorption atomique pour des teneurs en masse de zirconium supérieures à 0,5 % et inférieures à 4 %.

- Procédé B :

Analyse par spectrophotométrie (méthode plus sensible) pour des teneurs en masse de zirconium inférieures ou égales à 0,5 %.

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.
- Silicium, voir méthode d'essai D30 5326.
- Strontium, voir méthode d'essai D30 5327.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Après une attaque avec un mélangeur d'acides nitrique et fluorhydrique, la liqueur (filtrée) est analysée en absorption atomique par rapport à des étalons.

2.2.APPAREILLAGE

2.2.1.SPECTROPHOTOMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE AVEC LAMPE A CATHODE CREUSE AU ZIRCONIUM

2.2.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

2.2.3.BROYEUR MELANGEUR

(à titre indicatif type SPEX).

2.2.4.FIOLE JAUGEE DE 1 LITRE

2.2.5.FIOLES JAUGEES DE 100 ML EN PLASTIQUE

2.2.6.AMPOULE A DECANTER

2.2.7.BECHER DE 200 ML EN VERRE

2.3.REACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de pureté garantie.

2.3.1.EAU DEMINERALISEE

2.3.2.ACIDE FLUORHYDRIQUE

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

2.3.3.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), $d = 1,40$.

2.3.4.SOLUTION D'ACIDE NITRIQUE

- Introduire 100 ml d'acide nitrique (2.3.3) dans une fiole (2.2.4) et compléter à 1 litre avec de l'eau (2.3.1).

2.3.5.ZIRCONYLE NITRATE

[ZrO (NO₃)₂, 2H₂O].

2.3.6.SOLUTION ETALON A 1 G/LITRE DE ZIRCONIUM

- Peser 2,9299 grammes de zirconyle nitrate (2.3.5) à l'aide de la balance (2.2.2), les introduire dans un bécher (2.2.7) et les dissoudre à chaud avec 100 ml de la solution d'acide nitrique (2.3.4).
- Refroidir et transvaser dans une fiole (2.2.4) et compléter à 1 litre avec la solution d'acide nitrique (2.3.4).

2.4.MODE OPERATOIRE

2.4.1.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 (2.2.3).

2.4.2.PRELEVEMENT POUR ANALYSE

- Peser 1 gramme de la poudre précédente à l'aide de la balance (2.2.2) et l'introduire dans une fiole (2.2.5).
- Attaquer par 10 millilitres d'acide fluorhydrique (2.3.2) et ajouter 10 millilitres d'acide nitrique (2.3.3) goutte à goutte.
Nota : La réaction est très violente, refroidir au besoin.
- Après attaque complète, ajuster le volume à 100 ml avec de l'eau (2.3.1).

2.4.3.ANALYSE

Effectuer les mesures de l'absorbance, à l'aide du spectrophotomètre d'absorption atomique (2.2.1) dans les conditions suivantes :

- longueur d'onde : 360,1 nm,
- bande passante : 0,2 m,
- flamme : protoxyde d'azote - acétylène.

2.4.4. ETALONNAGE

- Peser 5 fois 1 gramme d'inoculant exempt de zirconium à l'aide de la balance (2.2.2), les introduire dans 5 fioles (2.2.5).
- Ajouter respectivement 0 - 5 - 10 - 20 et 40 ml de solution (2.3.6).
- Attaquer les mélanges comme indiqué au paragraphe 2.4.2.
- Après l'attaque, compléter chacune des 5 fioles à 100 ml avec de l'eau (2.3.1).
Ce qui donne des solutions à 0 - 0,5 - 1 - 2 et 4 % en masse de zirconium.
- Effectuer les mesures selon les conditions du paragraphe 2.4.3.
- Tracer la courbe de l'absorbance en fonction des concentrations en masse de zirconium.

2.5. EXPRESSION DES RESULTATS

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

3. PROCEDE B

3.1. PRINCIPE

Un faisceau de lumière traverse la solution colorée à analyser. De la proportion d'intensité lumineuse absorbée par la solution, on déduit la concentration de la solution absorbante.

3.2. APPAREILLAGE

3.2.1. PHOTOCOLORIMETRE

3.2.2. BAIN DE SABLE AVEC PLAQUE D'AMIANTE

3.2.3. BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.2.4. BROYEUR MELANGEUR

(à titre indicatif type SPEX).

3.2.5. PH-METRE

3.2.6. AMPOULE A DECANter

3.2.7. BEC BUNSEN

3.2.8. FIOLES JAUGEES DE 50 ML ET 1 LITRE

3.2.9. FIOLES JAUGEES DE 100 ML EN PLASTIQUE

3.2.10. BECHER DE 200 ML EN VERRE