

**ALLIAGES D'ALUMINIUM
ANALYSE QUANTITATIVE DE L'ETAIN ET DU PLOMB
(ABSORPTION ATOMIQUE)**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse quantitative de l'étain et du plomb dans les alliages d'aluminium.

2.PRINCIPE

Après mise en solution par attaque chloro-nitrique, l'échantillon est nébulisé dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE.

3.2.BALANCE

précise au dixième de milligramme.

3.3.BECHERS

forme haute de 800 ml.

3.4.FIOLES JAUGEES

de 100 ml.

3.5.BAIN DE SABLE.

3.6.PIPETTE ETALON

de 2 ml.

3.7.FILTRE

Macherey-Nagel : Ø 12,5 ; Mn ; 640 m.

3.8.MATERIEL

courant de laboratoire.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DISTILLEE.

4.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl), d = 1,18.

4.3.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), d = 1,38.

4.4.SOLUTION ETALON D'ETAIN

(Sn) à 1 mg/ml.

Utiliser de préférence la solution étalon de MERCK, référence 19807.

4.5.SOLUTION ETALON DE PLOMB

(Pb) à 1 mg/ml.

Utiliser de préférence la solution étalon de MERCK, référence 19776.

4.6.ALUMINIUM

métallique pur (Al) à 99,99 %.

4.7.NICKEL

(Ni) de MERCK, référence 12277.

5.MODE OPERATOIRE

Rincer toute la verrerie à l'acide chlorhydrique (4.2) puis à l'eau distillée (4.1) avant l'emploi.

5.1.MISE EN SOLUTION

- Peser, à l'aide de la balance (3.2), 1 gramme d'alliage d'aluminium, les réduire en copeaux et les introduire dans un bécher (3.3).
- Attaquer par 20 ml d'eau distillée (4.1), et 15 ml d'acide chlorhydrique (4.2).

Nota : *Il est recommandé de verser l'acide chlorhydrique par petites quantités. La réaction peut être violente.*

- Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3).
- Chauffer doucement dans le bain de sable (3.5) jusqu'à dissolution complète.
- L'attaque étant terminée, laisser refroidir puis filtrer, à l'aide du filtre (3.7), si nécessaire (précipité noir de silice) dans une fiole jaugée (3.4).
- Ajuster à l'eau distillée (4.1) et homogénéiser.

5.2.ETALONNAGE

- En même temps que les échantillons à analyser, dans une série de 5 béchers (3.3), mettre en solution 1 gramme d'aluminium (4.6).
- Transvaser en fioles jaugées (3.4), puis ajouter respectivement avec la pipette (3.6), les solutions étalons d'étain (4.4) et de plomb (4.5), ajuster à l'eau distillée (4.1) et homogénéiser.

Le tableau ci-dessous donne la correspondance entre solutions étalons et pourcentage, correspondant à la concentration de ces solutions.

Fioles	A		B		C		D		E	
Concentrations	mg/ml	%	mg/ml	%	mg/ml	%	mg/ml	%	mg/ml	%
Sn	1	0,1	1,5	0,15	2	0,2	0,5	0,05	0	0
Pb	0	0	0,5	0,05	1	0,1	1,5	0,15	2	0,2

5.3.MESURES

Effectuer les mesures à l'aide du spectromètre d'absorption atomique (3.1) avec les conditions indiquées ci-dessous.

Cathodes creuses	Sn	Pb
------------------	----	----