

CERAMIQUES A BASE DE ZIRCON DOSAGE DU CALCIUM

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description de deux procédés permettant le dosage du calcium dans une céramique à base de zircon.

Procédé A : dosage par absorption atomique.

Procédé B : dosage par fluorescence X.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Un prélèvement de la poudre est mis en solution après fusion puis analysé par absorption atomique.

2.2.APPAREILLAGE

Appareil d'absorption atomique (par exemple : PERKIN-ELMER 5000).

2.3.REACTIFS

2.3.1.SULFATE ACIDE DE POTASSIUM

2.3.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE,
qualité pour analyse.

2.3.3.CHLORURE DE STRONTIUM

à 3,5 % dans l'eau distillée.

2.3.4.SOLUTION ETALON DE CALCIUM

à 1 mg/ml.

2.3.5.SOLUTION ETALON DE CALCIUM DILUEE

à 100 µg/ml.

2.4.MODE OPERATOIRE

- Dans un creuset de silice, introduire 100 mg de poudre et 2 g de sulfate acide de potassium (2.3.1).
- Faire une fusion sur mecker.
- Reprendre cette fusion par 15 ml d'acide chlorhydrique (2.3.2) et compléter à 50 ml en fiole jaugée, avec de l'eau distillée.
- Diluer 10 fois cette solution et prélever ensuite 2 ml dans une fiole jaugée de 100 ml contenant 1 ml de solution de chlorure de strontium (2.3.3).
- Amener au trait de jauge avec de l'eau distillée.
- Mesurer l'absorbance par rapport à la gamme d'étalonnage.

2.5.CONDITIONS OPERATOIRES POUR LE PERKIN-ELMER 5000

- Longueur d'onde : 422,7 nm.
- Fente : 0,7 nm.
- Lampe à cathode creuse de calcium.
- Flamme : protoxyde - acétylène.

2.6.ETALONNAGE

Dans quatre fioles de 100 ml, introduire 1 ml de la solution de chlorure de strontium (2.3.3) puis respectivement 0 - 0,4 ml - 0,8 ml - 1,2 ml de solution de calcium (2.3.5) correspondant à 0 - 0,4 µg/ml - 0,8 µg/ml - 1,2 µg/ml. Compléter à 100 ml avec de l'eau distillée.

2.7.EXPRESSION DES RESULTATS

Tracer la courbe de l'absorbance en fonction de la concentration. En déduire la pourcentage de calcium.

2.8.REMARQUE

Les différents prélèvements ont été calculés pour un échantillon contenant environ 30 % de CaO.

3.PROCEDE B

3.1.PRINCIPE

Le dosage est effectué à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X, sur une perle obtenue par fusion de l'échantillon avec un fondant approprié.

3.2.APPAREILLAGE

- Spectromètre de fluorescence X (par exemple SIEMENS SRS 200).
- Four à moufle.
- Creuset et coupelle en OPR3 (mélange Pt, Au, Rh).

3.3.REACTIFS

3.3.1.CARBONATE DE CALCIUM,
qualité pour analyse.

3.3.2.ZIRCON PURE

3.3.3.FONDANT TYPE IRSID
(Tétraborate de lithium - oxyde de lanthane - oxyde de béryllium).

3.3.4.IODURE DE POTASSIUM,
qualité pour analyse.

3.4.MODE OPERATOIRE

- Prélever 300 mg de l'échantillon à analyser.
- Introduire la prise d'essai dans le creuset avec 15 g de fondant (3.3.3) et 150 mg d'iodure de potassium (3.3.4).
- Mettre le creuset dans le moufle à 1100 °C et le laisser une demi-heure environ en agitant plusieurs fois afin d'homogénéiser le mélange.
- Couler dans la coupelle portée au rouge intense quelques minutes sur bec.
- Couper le chauffage immédiatement.
- Démouler la perle à froid.