

CERAMIQUES A BASE DE ZIRCON DOSAGE DE L'YTTRIUM

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 de l'yttrium dans une céramique à base de zircon.

Procédé A : dosage par gravimétrie.

Procédé B : dosage par fluorescence X.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Après mise en solution par fusion, l'yttrium est séparé du zirconium par extraction à l'acétate d'éthyle puis précipité par l'oxine et pesé.

2.2.APPAREILLAGE

- Ampoules à décanter de 500 ml.
- Creuset de platine.
- Four à moufle.

2.3.REACTIFS

2.3.1.PYROSULFATE DE POTASSIUM,
qualité pour analyse.

2.3.2.ACIDE SULFURIQUE 3N,
qualité pour analyse.

2.3.3.CUPFERRON

[nitrosophényl-hydroxylamine : $C_6H_5-N(NO)-ONH_4$] en solution à 6 % dans l'eau distillée.

2.3.4.ACETATE D'ETHYLE

2.3.5.OXINE

(hydroxy-8 quinoléine : C_9H_6N-OH), solution saturée dans l'acide acétique 2 N.

2.3.6.ACIDE ACETIQUE 2 N,
qualité pour analyse.

2.3.7.AMMONIAQUE,
qualité pour analyse.

2.4.MODE OPERATOIRE

- Attaquer 500 mg de poudre de zircone par 10 g de pyrosulfate de potassium (2.3.1) dans un creuset en silice.
- Reprendre cette fusion par 50 ml H_2SO_4 3N (2.3.2) et ajouter goutte à goutte de la solution de cupferron (2.3.3) jusqu'à ce qu'une goutte s'étale à la surface du liquide.
- Transvaser dans une ampoule de 500 ml et extraire avec un volume égal d'acétate d'éthyle (2.3.4) en rinçant le bécher de précipitation avec de l'acétate.
- Recueillir la phase aqueuse inférieure après avoir effectué trois extractions.
- Evaporer l'acétate d'éthyle entraîné.
- Précipiter par l'oxine. Pour cela, ajouter à la solution refroidie 30 ml d'oxine (2.3.5).
- Rendre légèrement ammoniacal.
- Porter au bain-marie à 70 °C pendant 3 minutes.
- Filtrer les oxinates sur filtre rapide.
- Rincer le précipité à l'eau tiède contenant quelques gouttes d'ammoniaque (2.3.7).
- Dans un creuset de platine taré, sécher et calciner le filtre à 800 °C.
- Peser à poids constant. On obtient ainsi directement le poids de Y_2O_3 .

2.5.EXPRESSION DES RESULTATS

Le pourcentage d'yttrium est donné par la formule :

$$\frac{p \cdot 0,787}{0,500} \cdot 100$$

dans laquelle p est la masse en grammes d'oxyde d'yttrium obtenu.

2.6.REMARQUE

Le prélèvement effectué (500 mg) a été établi pour un échantillon de zircone contenant environ 15 % d'yttrium.

3.PROCEDE B

3.1.PRINCIPE

Le dosage est effectué par 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).