

CERAMIQUES DE TYPES ZIRCONES ANALYSE QUANTITATIVE DES OXYDES (FLUORESCENCE X)

Page 1/5

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 des oxydes tels que Y_2O_3 , SiO_2 , Al_2O_3 , TiO_2 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O et K_2O dans les céramiques de types zircons, sous forme de billes ou de pastilles et utilisées par exemple dans les sondes à oxygène. Cette méthode n'est pas destructive.

2.PRINCIPE

Les mesures sont effectuées sur des échantillons massifs par spectrométrie de fluorescence X.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X

(par exemple : SIEMENS 303).

3.2.SERIE D'ETALONS

à teneurs variables en Al_2O_3 , CaO , FeO , K_2O , MgO , Na_2O , SiO_2 , TiO_2 et Y_2O_3 conformes à l'annexe 1 et pouvant être fournis par la Société Française de Céramique (SFC), voir annexe 2.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.ETALONNAGE

- Effectuer deux étalonnages, l'un avec des étalons sous forme de billes, l'autre avec des étalons sous forme de pastilles. Utiliser l'étalonnage dont la forme des étalons est la plus proche de celle de l'échantillon essayé.
- Utiliser quatre étalons au minimum par courbe d'étalonnage.
- Mesurer pour chaque élément n considéré, l'intensité I_n correspondante du pic en respectant les paramètres de mesure donnés en annexe 1 en fonction de la concentration C_n .
- Tracer la courbe d'étalonnage correspondante : $I_n = f(C_n)$.

4.2.CONDITIONS D'ESSAI

Dans le cas de l'utilisation du spectromètre SIEMENS 303, les mesures doivent être effectuées avec les conditions suivantes :

- Atmosphère sous vide.
- Diamètre du porte-échantillon :
 - 8 mm pour les zircons sous forme de billes,
 - 23 mm pour les zircons sous forme de pastilles.
- Avec rotation des échantillons.
- Avec paramètres de mesure selon les indications de l'annexe 1.

4.3.MESURES

Mesurer pour chaque échantillon, l'intensité I du pic de chaque élément considéré conformément au paragraphe 4.1 et déterminer la concentration de l'élément en utilisant la courbe d'étalonnage correspondante.

5.EXPRESSION DES RESULTATS

Exprimer les teneurs en pourcentage masse d'oxydes.

6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- la référence exacte du produit analysé ainsi que la provenance,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.