

**DEGRAISSANTS ET AFFINEURS
DOSAGE DU TITANE
(ABSORPTION ATOMIQUE, 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 le dosage du titane contenu dans les dégraissants et les affineurs utilisés dans les bains de phosphatation du type trication.

Elle est applicable pour des teneurs comprises entre 0,1 et 2 % (m/m) en titane.

Par type "trication" on entend des bains contenant les trois cations manganèse, nickel et zinc.

Deux procédés peuvent être utilisés :

- procédé A : analyse par absorption atomique,
- procédé B : analyse par fluorescence X.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Mesure de l'absorption dans la flamme de la radiation caractéristique de l'élément, l'absorption étant proportionnelle au nombre d'atomes de l'élément présent dans la solution à analyser.

2.2.APPAREILLAGE

2.2.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

2.2.2.BAIN DE SABLE THERMOSTATE PERMETTANT D'ATTEINDRE 300 °C

2.2.3.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

2.2.4.AGITATEUR MAGNETIQUE AVEC BARREAU AIMANTE

2.2.5.FIOLES JAUGEES DE 50 ML, 500 ML ET DE 1 LITRE

2.2.6.EPROUVETTE DE 25 ML

2.2.7.PIPETTES DE 10 ET 100 ML

2.2.8.MICROBURETTE DE 10 ML

2.2.9.BECHER DE 250 ML

2.3.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

2.3.1.EAU DEMINERALISEE

2.3.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE CONCENTRE (HCL), D = 1,18

2.3.3.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE

acide (2.3.2) dilué à 50 % (v/v) avec de l'eau (2.3.1).

2.3.4.TITANE METALLIQUE

2.3.5.SOLUTION ETALON DE TITANE A 1 GRAMME PAR LITRE

Utiliser la solution étalon "Normadose" de PROLABO : référence 32 028.605.

2.3.6.POTASSIUM CHLORURE (KCL)

2.4.MODE OPERATOIRE

2.4.1.ETALONNAGE

(gamme 0 - 20 - 40 - 60 et 80 µg/ml).

- Introduire respectivement dans une série de 5 fioles de 50 ml (2.2.5), 0 - 1 - 2 - 3 et 4 ml de solution étalon (2.3.5) à l'aide de la microburette (2.2.8).
- Ajouter dans chacune d'elle 100 mg de potassium chlorure (2.3.6), pesés à l'aide de la balance (2.2.3) les dissoudre avec un peu d'eau (2.3.1).
- Ajouter 25 ml d'acide (2.3.2) à l'aide de l'éprouvette (2.2.6) et compléter à 50 ml avec de l'eau (2.3.1).

2.4.2.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

2.4.2.1.Cas d'un affineur sous forme de poudre

- Peser 5 grammes d'affineur à l'aide de la balance (2.2.3).
- Les transvaser dans une fiole de 500 ml (2.2.5) et compléter à 500 ml avec de l'eau (2.3.1).
- Disperser sous agitation à l'aide de l'agitateur (2.2.4) pendant 30 minutes.
- Prélever 10 ml de cette solution à l'aide de la pipette de 10 ml (2.2.7) en maintenant l'agitation et transvaser dans un bécher (2.2.9).
- Rincer la pipette plusieurs fois avec de l'eau (2.3.1).

2.4.2.2.Cas d'un bain de dégraissant ou d'affineur prêt à l'emploi

- Prélever 100 ml de bain (maintenu sous agitation) à l'aide de la pipette de 100 ml (2.2.7) et transvaser dans un bécher (2.2.9).
- Evaporer sur le bain de sable (2.2.2) jusqu'à environ 20 ml.
- Ajouter dans chaque cas 25 ml d'acide (2.3.2) à l'aide de l'éprouvette (2.2.6).
- Chauffer jusqu'à l'obtention d'une solution limpide.
- Ajouter 100 mg de potassium chlorure (2.3.6).
- Refroidir et transvaser dans une fiole de 50 ml (2.2.5) et compléter à 50 ml avec de l'eau (2.3.1).