

REVETEMENTS DE ZINC LAMELLAIRE BICHROMATE ANALYSE QUANTITATIVE DU CHROME HEXAVALENT

Page 1/3

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse quantitative du chrome hexavalent (Cr_6) extractible des revêtements de zinc lamellaire bichromaté (traitement DACROMET) appliqués sur des pièces en métaux ferreux (par exemple : disque de frein).

2. PRINCIPE

Extraction du chrome hexavalent à l'aide d'une solution de chlorure de sodium et titration à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium. La quantité de chrome hexavalent extraite donne la qualité de la cuisson.

3. APPAREILLAGE

- 3.1. **BAIN-MARIE** à $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.
- 3.2. **BALANCE** précise au dixième de milligramme.
- 3.3. **PINCE** en bois ou **AIMANT**.
- 3.4. **PISSETTE**.
- 3.5. **BECHER** adapté à la pièce à essayer.
- 3.6. **RECIPIENT** non métallique adapté à la pièce à essayer.
- 3.7. **BURETTE**.
- 3.8. **CHRONOMETRE**.
- 3.9. **THERMOMETRE**.

4. REACTIFS

- 4.1. **EAU DESIONISEE**.
- 4.2. **SOLUTION DE CHLORURE DE SODIUM** (NaCl) à 5 %.
- 4.3. **SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE** (H_2SO_4) à 25 %.
- 4.4. **SOLUTION D'IODURE DE POTASSIUM** (KI) à 200 grammes/litre.
- 4.5. **SOLUTION D'EMPOIS D'AMIDON** à 0,5 %, stabilisée.
- 4.6. **SOLUTION DE THIOSULFATE DE SODIUM** ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,005 N, stabilisée.
- 4.7. **SOLUTION DE SOUDE** (NaOH) à 200 grammes/litre.

5. MODE OPERATOIRE

L'essai doit être effectué de préférence 24 heures après l'application du revêtement.

5.1. PREPARATION DE LA PIECE.

- Peser la pièce "dacrométisée", à l'aide de la balance (3.2.), soit M_1 sa masse en grammes.
- Mettre la pièce dans le bécher (3.5.). Verser la solution de chlorure de sodium (4.2.) portée à 60 °C et en respectant le rapport volume/surface = 2 (exemple: surface des pièces 100 cm^2 volume à introduire = 200 ml).
- Mettre l'ensemble au bain-marie (3.1.) pendant 40 min. ± 1 min.

- Enlever la pièce à l'aide de la pince ou de l'aimant (3.3.) puis la rincer, à l'aide de la pissette (3.4.) remplie d'eau désionisée (4.1.), au dessus du bécher (3.5.).
- Attendre le refroidissement, jusqu'à la température ambiante, de la solution d'extraction pour effectuer l'analyse.

5.2.ANALYSE.

- Dans la solution d'extraction, obtenue au paragraphe 5.1., ajouter dans l'ordre :
 - . 10 ml de solution d'acide sulfurique (4.3.),
 - . 5 ml de solution d'iodure de potassium (4.4.),
 - . 5 ml de solution d'empois d'amidon (4.5.).
- A l'aide de la burette (3.7.), remplie de solution de thiosulfate de sodium (4.6.), procéder à un goutte à goutte jusqu'à ce que la solution d'extraction devienne incolore.
- Le virage est obtenu quand la décoloration est stable pendant 30 secondes.
- Noter le volume V de solution de thiosulfate de sodium qui a permis la décoloration.
- Décaper la pièce dans une solution de soude (4.7.) à 80 °C.
- Peser la pièce décappée, à l'aide de la balance (3.2.), soit M_2 sa masse en grammes.

6. EXPRESSION DES RESULTATS

La teneur en chrome hexavalent (Cr_6), exprimée en milligrammes par gramme de revêtement DACROMET (mg/g), est déterminée par la formule suivante :

$$\frac{NxV}{M_1 - M_2} \times \frac{52}{3}$$

dans laquelle :

N = normalité de la solution de thiosulfate de sodium, exprimée en moles/litre,

V = volume de solution de thiosulfate de sodium versé pour l'obtention de la décoloration stable, exprimé en millilitres,

M_1 = masse de la pièce avec revêtement, exprimée en grammes,

M_2 = masse de la pièce sans revêtement, exprimée en grammes,

52 = masse molaire du chrome hexavalent, exprimée en grammes par mole,

3 = nombre d'électrons mis en jeu par la réaction chimique lors de l'analyse.

7. PROCES-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la présente méthode,
- la référence exacte de la pièce et le nom du fournisseur,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.