

ACIERS ET FONTES DOSAGE DU PHOSPHORE (COLORIMETRIE)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet le dosage du phosphore dans les aciers et fontes.

Cette méthode est applicable aux alliages ferreux dont les teneurs en phosphore sont inférieures ou égales à 0,15 %.

On peut éventuellement l'utiliser pour des teneurs supérieures, bien que, dans ce cas, la méthode au phospho-vanado-molybdate lui soit préférable.

Remarque :

Les teneurs de certains éléments pouvant interférer sont les suivantes :

- Cuivre 1 %,
- Nickel 10 %,
- Chrome 5 %,
- Vanadium 2 %.

2.PRINCIPE

Dans une solution faiblement acide de l'alliage, l'addition de métabisulfite à chaud permet la réduction de la plupart des éléments du métal à leur valence minimale, en particulier du fer à l'état ferreux.

L'addition d'acide sulfurique réalise un milieu acide, voisin de la normalité, dans lequel on provoque la formation d'acide phosphomolybdique, réduit ensuite sélectivement à l'état de complexe bleu par l'acide ascorbique.

L'adjonction de bismuth a pour effet d'accélérer cette réduction, qui s'effectue, à froid, en moins de 20 minutes.

Les teintes sont stables pendant une journée environ.

3. REACTIFS

3.1. REACTIF D'ATTAQUE

- Acide perchlorique d = 1,61 30 ml
- Acide nitrique d = 1,33 15 ml
- Eau 15 ml

3.2. ACIDE PERCHLORIQUE

d = 1,61.

3.3. ACIDE CHLORHYDRIQUE

d = 1,18.

3.4. METABISULFITE DE SODIUM

solution à 150 g/l (préparée au moment de l'emploi).

3.5. SOLUTION DE BISMUTH

dans l'acide sulfurique 5 N.

Préparation :

- Dissoudre 1,58 g de sous-nitrate de bismuth ($\text{Bi O} - \text{NO}_3 - \text{Bi O} - \text{OH}$ ou $\text{Bi}_2 \text{O}_3, \text{H NO}_3$) dans le minimum d'acide nitrique d = 1,33 dilué au 1/2. Ajouter 25 ml d'acide sulfurique d = 1,83. Chauffer doucement au début pour éviter les projections, puis maintenir quelques minutes à fumées blanches abondantes pour éliminer l'acide nitrique.
- Refroidir. Reprendre avec précautions par 100 à 150 ml d'eau.
- Ajouter 115 ml d'acide sulfurique d = 1,83.
- Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 1000 ml, et compléter avec de l'eau. Homogénéiser.

3.6. MOLYBDATE DE SODIUM

solution à 20 g/l.

3.7. ACIDE ASCORBIQUE

solution à 10 g/l, fraîchement préparée.

3.8. SOLUTION-ETALON DE PHOSPHORE

3.8.1. SOLUTION-MERE

Peser très exactement 0,4387 g de phosphate monopotassique pur et sec. Les introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml. Dissoudre dans l'eau distillée. Compléter au trait de jauge. Homogénéiser.

3.8.2. SOLUTION-FILLE

Prélever exactement 50 ml de la solution-mère, les introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml. Compléter le volume avec de l'eau distillée. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,005 mg de phosphore.

4. APPAREILLAGE

- Matériel courant de laboratoire.
- Photocolorimètre.