

ACIERS INOXYDABLES DOSAGE DE L'AZOTE (TITRIMETRIE)

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet la description d'une méthode chimique du dosage de l'azote dans les aciers inoxydables. On peut l'utiliser également pour les soupapes d'échappement en Z55 - CMN 21-9.

La méthode est applicable à des teneurs en azote comprises entre 0,01 et 0,40 %.

Un choix judicieux de la prise d'essai et de la molarité des solutions titrées permet le dosage à des teneurs plus élevées.

2.PRINCIPE

L'échantillon est mis en solution par les acides appropriés et l'azote transformé en sel d'ammonium.

L'ammonium, déplacé par la soude, est entraîné à la vapeur, puis recueilli dans un excès d'acide sulfurique titré.

Cet excès est dosé par de la soude titrée (procédé KJELDAHL).

3.APPAREILLAGE

- Matériel courant de laboratoire.
- Appareil d'entraînement à la vapeur, genre BUCHI ou autre.

4.REACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de pureté garantie pour analyse.

4.1.ACIDE CHLORHYDRIQUE

d = 1,18 (22° Bé).

4.2.ACIDE SULFURIQUE

d = 1,84 (66° Bé).

4.3.ACIDE TARTRIQUE

à 50 % (500 g d'acide tartrique dissous dans de l'eau distillée, puis ajuster à 1 litre).

4.4.HYDROXYDE DE SODIUM

à 50 % (préparation identique à 4.3).

4.5.ACIDE SULFURIQUE

titré N/50.

4.6.HYDROXYDE DE SODIUM

titré N/50.

4.7.INDICATEUR DE TASCHIRO :

- 100 mg de rouge de méthyle dissous dans 100 ml d'éthanol,

- 40 mg de bleu de méthylène dissous dans 100 ml d'éthanol,
- Mélanger ensuite les deux solutions.

5.MODE OPERATOIRE

Prise d'essai : 1 gramme.

5.1.ESSAI A BLANC

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs.

5.2.MISE EN SOLUTION DE L'ECHANTILLON

L'échantillon, réduit en copeaux assez fins, est introduit dans un erlenmeyer de 500 ml avec 40 ml d'acide chlorhydrique (4.1) dilué au demi. L'attaque doit se faire doucement sur bain de sable, l'erlenmeyer étant recouvert d'un verre de montre et à l'abri de toute vapeur ammoniacale.

Lorsque l'effervescence a cessé, retirer l'erlenmeyer et, après refroidissement, introduire 10 ml d'acide sulfurique concentré (4.2).

Chauffer alors sur le bord d'une plaque chauffante. Poursuivre ce chauffage jusqu'à dégagement assez prolongé de fumées sulfuriques en agitant très souvent pour éviter les projections.

Après refroidissement, reprendre par 50 ml d'eau distillée, chauffer doucement pour dissoudre les sels.

La solution doit être claire. S'il reste un petit résidu noir, il peut s'agir d'un nitrure soluble en milieu alcalin et qui disparaîtra lors de l'entraînement à la vapeur.

5.3.ENTRAINEMENT A LA VAPEUR

La distillation de l'ammoniac se fait alors dans l'appareil d'entraînement à la vapeur (BUCHI, KJELDAHL ou autre). Pour cela, introduire la solution obtenue précédemment dans le vase à distiller par l'entonnoir.

Après avoir placé un erlenmeyer contenant 25 ml d'acide sulfurique titré (4.5) + 25 ml d'eau distillée sous le réfrigérant (l'allonge de ce dernier touchant le fond de l'erlenmeyer), introduire 50 ml d'acide tartrique (4.3), puis 10 ml de soude (4.4) (toujours dans le vase à distiller).

Rincer soigneusement l'entonnoir, puis mettre en communication ce vase avec le générateur de vapeur.

On estime que l'on doit distiller 150 ml environ pour avoir la totalité de l'ammoniac.

Abaisser la fiole de 500 ml de telle façon que l'allonge ne plonge plus dans l'erlenmeyer et rincer l'allonge avec un peu d'eau distillée.

5.4.TITRER L'EXCES D'ACIDE SULFURIQUE (4.5)

par la soude (4.6) en présence de l'indicateur coloré (4.7). La teinte passe du violet-rose au vert.