

LIQUIDES DE REFROIDISSEMENT ANALYSE QUANTITATIVE DES SILICATES (COLORIMETRIE)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse quantitative de l'élément silicium (Si) provenant des silicates contenus dans les liquides de refroidissement.

Cette méthode convient pour des teneurs de quelques dizaines de milligrammes de Si par litre.

2.PRINCIPE

Cette méthode repose sur le fait que les ions silicates forment avec les ions molybdates un complexe silicomolybdique de couleur jaune. La stabilité de la teinte jaune étant limitée dans le temps (environ 15 minutes), il est préférable de réduire le complexe silico-molybdique par une solution d'acide amino-naphtol-sulfonique pour obtenir une coloration bleue plus stable.

Comparer la coloration bleue de l'échantillon à celle des solutions de silicates traitées simultanément.

Nota : L'intensité de la couleur jaune est proportionnelle à la quantité d'ions silicates SiO_3^{2-} .

Ainsi la gamme de la couleur s'étale du vert-jaune au jaune citron.

Le pH des solutions molybdiques acidifiées doit être compris entre 1,1 et 1,2. Il s'ensuit que les solutions de départ plus alcalines doivent être préparées dans les mêmes conditions, en particulier avec ajout d'acide chlorhydrique.

Lorsque les échantillons renferment des ions orthophosphates PO_4^{3-} , la coloration jaune du complexe molybdophosphorique vient s'ajouter à celle produite par les silicates. Dans ce cas, l'interférence due aux ions phosphates est éliminée par l'addition d'une solution d'acide oxalique qui détruit le complexe molybdophosphorique et non le complexe silico-molybdique.

Nota : Si la couleur jaune persiste après l'ajout d'acide oxalique, il convient d'augmenter la quantité de solution de molybdate d'ammonium et d'acide oxalique dans la même proportion. Dans tous les cas, il est conseillé d'ajouter l'acide oxalique, même si les ions phosphates sont absents.

D'autre part, il faut savoir que des couleurs parasites peuvent exister, il est impératif d'en connaître les causes et de les éliminer.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROPHOTOMETRE.

3.2.CUVES

de 1 cm pour spectrophotomètre.

3.3.BALANCE

de précision.

3.4.FIOLES

jaugées en plastique de 100 ml et 250 ml.

3.5.EPROUVETTE

graduée de 100 ml.

3.6.BECHERS

en téflon de 250 ml.

4.REACTIFS**4.1.AMMONIUM HEPTAMOLYBDATE**à 4 molécules d'eau $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24}, 4\text{H}_2\text{O}$.**4.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE,**

HCl.

4.3.ACIDE OXALIQUE, $\text{CH}(\text{COOH})_2$.**4.4.ACIDE AMINO-1 HYDROXY-2 NAPHTHALENESULFONIQUE-4,** $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$.**4.5.SODIUM SULFITE,** Na_2SO_3 .**4.6.SODIUM DISULFITE,** $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.**Nota :** Tous les réactifs (4.1) à (4.6) doivent être de qualité pour analyses.**4.7.SODIUM METASILICATE**à 5 molécules d'eau, $\text{Na}_2\text{O}_3\text{Si}, 5\text{H}_2\text{O}$.**4.8.ETHYLENEGLYCOL,** $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$.**4.9.EAU DISTILLEE.****4.10.SOLUTION D'AMMONIUM MOLYBDATE**

à 100 g/l.

Préparer cette solution à partir de l'ammonium heptamolybdate à 4 molécules d'eau (4.1.).

Cette solution est stable, elle peut être préparée à l'avance et être conservée en flacon plastique.

4.11.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE 1/2

Acide chlorhydrique (4.2) 1 volume.

Eau distillée (4.9) 1 volume.

Cette solution est stable, elle peut être préparée à l'avance et être conservée en flacon plastique.

4.12.SOLUTION D'ACIDE OXALIQUE

à 100 g/l.

Préparer cette solution à partir de l'acide oxalique (4.3).

Cette solution est stable, elle peut être préparée à l'avance et être conservée en flacon plastique.