

POLYPROPYLENES DOSAGE DE ADDITIFS AZOTES

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant le dosage de l'azote des additifs azotés dans les polypropylènes. Elle s'applique à des teneurs de 0 à 0,1 % d'azote dans les additifs azotés.

2.PRINCIPE

Après minéralisation, en présence d'acide sulfurique et d'un mélange de catalyseurs : sulfate de potassium et oxyde mercurique, la solution est distillée avec de l'hydroxyde de sodium. L'ammoniac formé est recueilli dans de l'eau et son dosage est effectué par colorimétrie avec le réactif de NESSLER.

3.APPAREILLAGE

3.1.APPAREIL DE KJELDAHL

3.2.COLORIMETRE

3.3.FIOLES JAUGEES

de 200 ml.

3.4.ERLENMEYER

de 300 ml.

3.5.ERLENMEYER

de 500 ml.

3.6.PIPETTE DE PRECISION

de 10 ml.

3.7.PAPIER

pH.

3.8.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DISTILLEE

4.2.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE

4.3.CATALYSEUR

Mélanger du sulfate de potassium (K_2SO_4) et de l'oxyde mercurique (HgO) dans la proportion de 30/1 en masse.
Broyer et bien homogénéiser.
Préparer environ 10 grammes de ce mélange pour chaque échantillon analysé.

4.4.SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM ET DE THIOSULFATE DE SODIUM

Mélanger 1 litre d'hydroxyde de sodium ($NaOH$) à 50 % avec 250 millilitres de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) à 8 %.

4.5.REACTIF DE NESSLER

Dissoudre dans un peu d'eau (4.1) 35 g d'iodure de potassium (KI) et 45,5 g d'iodure mercurique (HgI_2).
Dissoudre d'autre part 112 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans 200 ml d'eau (4.1).

4.6.CHLORURE D'AMMONIUM

(NH_4Cl)

4.7.PIERRE PONCE GRANULEE

5.MODE OPERATOIRE

- Attaquer 4 à 4,5 grammes d'échantillon dans un Erlenmeyer sec (3.4), sur bec, et avec 60 ml d'acide (4.2) et 6 g de catalyseur (4.3).
- Ajouter 2 à 3 grains de pierre ponce (4.7).
- Chauffer d'abord modérément et élever la température jusqu'à l'ébullition.
- Continuer l'attaque jusqu'à l'obtention d'une solution claire.

Nota : A la fin de la minéralisation, il doit rester environ 10 ml d'acide sulfurique.

- Laisser refroidir.
- Ajouter 30 ml d'eau (4.1) et amener à ébullition.
- Laisser à nouveau refroidir et ajouter 70 ml d'eau (4.1).
- Transvaser dans le matras de l'ensemble KJELDAHL (3.1).
- Rincer l'Erlenmeyer.
- Ajouter avec précaution 60 ml du mélange (4.4).
- Brancher le réfrigérant et distiller environ 180 ml de solution.
- Recueillir le distillat dans un Erlenmeyer (3.5) contenant un peu d'eau (4.1).
- Transvaser dans une fiole (3.3).
- Ajouter à la pipette, 10 ml de réactif de NESSLER.
- Amener au trait avec de l'eau (4.1).

Nota : Pour les fortes teneurs en azote, faire un prélèvement contenant de 100 à 400 μg d'azote. Mettre dans une fiole (3.3), ajouter 10 ml de réactif de NESSLER (4.5) et amener au trait avec de l'eau (4.1).

6.ETALONNAGE

- Préparer une solution à 1 mg/ml d'azote : peser 3,821 g de chlorure d'ammonium (4.6) et dissoudre dans 1 litre d'eau (4.1).
- Diluer 10 fois la solution précédente.
On obtient une solution à 100 μg /ml d'azote.
- Prélever dans des fioles (3.3) 0 - 1 - 2 - 4 ml de la solution à 100 μg /ml d'azote.
- Ajouter 100 ml d'eau (4.1) puis 10 ml de réactif (4.5).
Amener à 200 ml en fiole jaugée avec de l'eau (4.1).