

**MATERIAUX ORGANIQUES
DOSAGE DE L'ETAIN
(ABSORPTION ATOMIQUE)**

Page 1/5

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'étain dans les matériaux organiques.

2.PRINCIPE

L'échantillon est traité à chaud sous reflux, dans un mélange d'acides sulfurique et nitrique puis en présence d'acide tartrique. Après refroidissement, l'étain est dosé par absorption atomique.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROPHOTOMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

équipé du brûleur pour flamme protoxyde d'azote-acétylène, ainsi que la lampe à cathode creuse à élément étain. Le recours à un millivoltmètre enregistreur peut être utile mais n'est pas indispensable.

3.2.BOUTEILLES D'ACETYLENE, D'AIR ET DE PROTOXYDE D'AZOTE,

équipées de manodétendeurs à deux étages.

3.3.RECHAUFFEUR (55 W),

à raccorder entre la bouteille de protoxyde d'azote et son manodétendeur.

3.4.APPAREIL DE MINERALISATION A REFLUX

comme figuré en annexe.

4.REACTIFS

Les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE BIDISTILLEE

4.2.ACIDE SULFURIQUE 18 N

4.3.ACIDE NITRIQUE 14 N

4.4.ACIDE CHLORHYDRIQUE 12 N

4.5.EAU OXYGENEE

à environ 30 % en masse, exempté de stabilisant à base d'étain.

4.6.ACIDE L-TARTRIQUE

à 100 g par litre d'eau.

4.7.SOLUTION ETALON D'ETAIN

à 1 g par litre d'eau : dissoudre 1,00 g d'étain métallique dans 40 ml d'acide (4.4) et diluer à 1000 ml avec de l'eau (4.1).

4.8.SOLUTION ETALON D'ETAIN

à 100 mg par litre d'eau : prélever 100 ml de la solution étalon (4.7), ajouter 10 ml d'acide (4.4) et diluer à 1000 ml avec de l'eau (4.1).

5.MODE OPERATOIRE

5.1.MINERALISATION

- Peser à 1 mg près 2 grammes de l'échantillon et introduire cette prise dans le ballon "B" de 250 ml (voir annexe). Ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.2) et raccorder le ballon au réservoir à condensat "C". Faire couler l'eau dans le réfrigérant, fermer les robinets "R1" et "R2" et introduire 10 ml d'acide nitrique (4.3) dans l'entonnoir.
- Chauffer modérément jusqu'à transformation de la matière en une masse noire et dégagement de fumées blanches de SO_3 .
- A ce moment, cesser le chauffage et par le robinet "R1" laisser couler goutte à goutte de 1 à 2 ml d'acide nitrique (4.3). Chauffer de nouveau jusqu'à apparition de fumées blanches. Répéter ces opérations jusqu'à obtention d'une solution légèrement jaune.
- Après l'addition des derniers millilitres d'acide nitrique (4.3) ouvrir le robinet "R2" et laisser couler le condensat dans le ballon, d'abord goutte à goutte pour éviter une réaction trop violente, puis plus rapidement.
- Fermer le robinet "R2", chauffer à fumées blanches et poursuivre le traitement de minéralisation en ajoutant goutte à goutte 2 à 3 ml d'eau oxygénée (4.5).
- Chauffer de nouveau à fumées blanches ; si la solution brunit encore, terminer la minéralisation par quelques millilitres d'acide nitrique (4.3) supplémentaires. Cesser de chauffer, ouvrir le robinet "R2" et laisser couler lentement le condensat dans le ballon.
- Après 10 minutes environ, introduire 10 ml d'acide L-tartrique (4.6) et le robinet "R2" étant ouvert, porter la solution à l'ébullition et maintenir celle-ci pendant 30 minutes.
- Après refroidissement, rincer l'appareil et transvaser la solution dans un ballon de 100 ml, porter au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient la **solution S**.
- En parallèle avec l'échantillon, mener un essai à blanc comportant toutes les opérations décrites ci-avant, excepté la prise d'échantillon. On obtient ainsi la **solution EB**.

5.2.PREPARATION DES SOLUTIONS A PHOTOMETRER

5.2.1.PREPARATION DES SOLUTIONS ETALONS A 0 - 20 ET 40 MG SN/L

Dans 3 ballons jaugés de 50 ml, introduire 25 ml de la solution EB, 2,5 ml d'acide L-tartrique (4.6) et respectivement 0 - 10 et 20 ml de solution étalon d'étain (4.8). Amener au trait de jauge et homogénéiser.

5.2.2.PREPARATION DE LA SOLUTION ECHANTILLON

Introduire dans un ballon jaugé de 50 ml, 25 ml de la solution S et 2,5 ml d'acide tartrique à 100 g/l. Amener au trait de jauge et homogénéiser.

5.3.MESURES

Dès que la linéarité absorbance/concentration est obtenue, photométrer la préparation-échantillon ainsi que les préparations d'étalonnage à 0 et à c mg Sn/l, concentration conduisant à l'absorbance la plus proche de celle de la préparation-échantillon.