

## **BAINS DE PHOSPHATATION TYPE TRICATION DOSAGE DES NITRATES (VOLUMETRIE)**

Page 1/7

**SANS RESTRICTION D'UTILISATION**

### **1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant le dosage des nitrates contenus dans les bains de phosphatation du type trication.

Par type "trication" on entend les bains contenant les trois cations manganèse, nickel et zinc.

Elle est applicable pour des teneurs comprises entre 0 et 20 g/l en ions nitrates ( $\text{NO}_3^-$ )

Deux procédés peuvent être utilisés :

- procédé A : applicable aux bains de phosphatation,
- procédé B : méthode rapide applicable seulement aux solutions concentrées servant au montage et au maintien des bains.

### **2.APPAREILLAGE**

#### **2.1.BALANCE**

au dixième de milligramme près.

#### **2.2.FIOLES JAUGEES**

de 100 ml et 1 litre.

#### **2.3.EPROUVETTE**

de 50 ml.

#### **2.4.ERLENMEYERS**

de 250 ml en verre pyrex avec bouchon en caoutchouc muni d'un tube en U (voir annexe).

#### **2.5.BECHERS**

de 600 ml.

#### **2.6.PIPETTES**

de 2 ml, 5 ml et 20 ml.

#### **2.7.BURETTE**

de 50 ml.

#### **2.8.SPATULE TYPE ANALYSE**

### **3.REACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

#### **3.1.EAU DEMINERALISEE**

**3.2.POTASSIUM DICHROMATE** $(K_2Cr_2O_7)$ .**3.3.SOLUTION DE POTASSIUM DICHROMATE (M/60)**

Peser exactement 4,90 grammes de potassium dichromate (3.2) à l'aide de la balance (2.1), les dissoudre avec un peu d'eau (3.1) dans une fiole de 1 litre (2.2) et compléter à 1 litre avec de l'eau (3.1).

Utiliser de préférence la solution étalon "Normadose" de PROLABO : référence 32 061.600.

**3.4.PHENANTHROLINE - 1,10 MONOHYDRATEE** $(C_{12}H_8N_2, H_2O)$ .**3.5.FER (II) SULFATE** $(FeSO_4, 7H_2O)$ .**3.6.SOLUTION DE PHENANTHROLINE - 1,10 MONOHYDRATEE FERREUSE**

Peser exactement 1,5 gramme de phénanthroline - 1,10 monohydratée (3.4) et 0,7 gramme de fer (II) sulfate (3.5) à l'aide de la balance (2.1), les dissoudre avec un peu d'eau (3.1) dans une fiole de 100 ml (2.2) et compléter à 100 ml avec de l'eau (3.1).

**Nota :** La dissolution totale est très longue à obtenir.

**3.7.SEL DE MOHR** $[Fe(SO_4)_2(NH_4)_2, 6H_2O]$ , PM = 392.**3.8.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE**

d = 1,83, dilué à 50 % (v/v) avec de l'eau (3.1).

**3.9.POTASSIUM PERMANGANATE** $(KMnO_4)$ .**3.10.SOLUTION DE POTASSIUM PERMANGANATE (M/50)**

Peser 3,16 grammes de potassium permanganate (3.9) à l'aide de la balance (2.1), les dissoudre avec un peu d'eau (3.1) dans une fiole de 1 litre (2.2) et compléter à 1 litre avec de l'eau (3.1).

Utiliser de préférence la solution étalon "Normadose" de PROLABO : référence 32 062.603.

**3.11.SOLUTION DE SEL DE MOHR (M/10)**

Peser 40 grammes de sel de MOHR (3.7) à l'aide de la balance (2.1).

Les dissoudre avec un peu d'eau (3.1) dans une fiole de 1 litre (2.2) en ajoutant 100 millilitres d'acide (3.8) et compléter à 1 litre avec de l'eau (3.1).

**Nota :** Cette solution doit être étalonnée chaque semaine à l'aide de la solution (3.3) en faisant un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires que pour le bain.

**3.12.AMMONIUM HEPTAMOLYBDATE** $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}, 4H_2O]$ .**3.13.SOLUTION D'AMMONIUM MOLYBDATE**

Dissoudre 10 grammes d'ammonium heptamolybdate (3.12) dans 1 litre d'eau (3.1).

**3.14.SODIUM HYDROGENOCARBONATE** $(NaHCO_3)$ .**3.15.ACIDE CHLORHYDRIQUE CONCENTRE** $(HCl)$ , d = 1,18.

**3.16.ACIDE ORTHOPHOSPHORIQUE**

à 84 % minimum, d = 1,68 à 1,71.

**3.17.ACIDE SULFURIQUE**

(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) concentré, d = 1,83.

**3.18.FER (II) SULFATE**

(FeSO<sub>4</sub>, 7H<sub>2</sub>O).

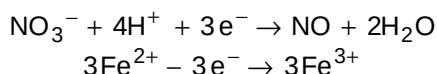
**3.19.SOLUTION NORMALE DE FER (II) SULFATE**

Peser exactement 280 grammes de fer (II) sulfate (3.18) à l'aide de la balance (2.1), les introduire dans une fiole de 1 litre (2.2), ajouter 100 grammes d'acide (3.15) et compléter à 1 litre avec de l'eau (3.1).

**Nota :** Contrôler le titre de cette solution par la solution (3.10) sur une prise de 2 ml en milieu acide. Conserver en flacon brun à l'abri de la lumière et retirer régulièrement cette solution.

**4.PROCEDE A****4.1.PRINCIPE**

Le nitrate est réduit par le sulfate ferreux en présence d'un catalyseur, à l'ébullition et en atmosphère de gaz carbonique, l'excès de sulfate ferreux est ensuite titré au dichromate.

**4.2.MODE OPERATOIRE****4.2.1.ECHANTILLON**

- Prélever 5 ml de bain (pour moins de 20 g/l d'ions NO<sub>3</sub><sup>-</sup>).  
Les introduire dans un erlenmeyer (2.4).
- Ajouter à l'aide de la pipette de 20 ml (2.6) 20 ml de solution (3.11), 40 ml d'acide (3.15), 2 à 3 ml de solution (3.13), puis avec précaution le contenu d'une spatule (2.8) de sodium hydrogénocarbonate (3.14).
- Fermer rapidement l'erlenmeyer avec le bouchon portant le tube en U et immerger l'extrémité libre du tube dans une solution saturée de sodium hydrogénocarbonate (3.14).
- Porter à ébullition et maintenir celle-ci pendant 7 minutes environ.
- La couleur de la solution doit être jaune orange limpide, sinon prolonger le chauffage.
- Laisser refroidir en maintenant l'atmosphère réductrice et au bout de 5 minutes, pour que le refroidissement soit plus rapide, plonger l'erlenmeyer dans un récipient d'eau froide ; les retours de la solution de bicarbonate dans l'erlenmeyer ne sont pas nocifs et maintiennent l'atmosphère réductrice.
- Après refroidissement complet, déboucher l'erlenmeyer, ajouter 2 gouttes de solution (3.6) et titrer immédiatement afin d'éviter l'oxydation à l'air, en versant lentement à l'aide de la burette (2.7) la solution (3.3) jusqu'au virage très net du jaune au vert.
- Soit n le nombre de millilitres versés.

**4.2.2.ESSAI A BLANC**

Procéder comme indiqué au § 4.2.1 mais seulement avec les réactifs.

Soit N le nombre de millilitres de solution (3.3) versés.

**4.3.EXPRESSION DES RESULTATS**

La teneur en ions nitrates (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), exprimée en grammes par litre, est donnée :

- soit par la formule suivante :

$$\text{NO}_3^- \text{ en g/l} = \frac{6,2 \cdot 1000 \cdot (N - n)}{1000 \cdot 3 \cdot \text{prise d'essai (ml)}}$$

- soit par la formule simplifiée pour une prise d'essai de 5 millilitres de bain :