

BAINS DE PHOSPHATATION TYPE TRICATION DOSAGE DES FLUORURES (POTENTIOMETRIE)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

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

Elle est applicable pour des teneurs de 0,1 à 1,5 g/l en ions fluor (F^-).

2.PRINCIPE

La concentration en fluorures est déterminée au moyen d'une courbe d'étalonnage, par mesure potentiométrique à l'aide d'une électrode spécifique au fluor raccordée à un pH-mètre/millivoltmètre, après ajustement avec une solution tampon.

3.APPAREILLAGE

3.1. PH-METRE/MILLIVOLTMETRE

avec cordons adéquats pour raccordement d'une électrode spécifique.

3.2.ELECTRODE SPECIFIQUE AU FLUOR

A titre indicatif type PF4 - L de TACUSSEL ou type 9409 d'ORION.

Nota : L'électrode "Monobloc" PF4 - L est préconisée car plus simple d'emploi que celle à "embout démontable" (cette dernière nécessite une solution de remplissage et les risques de fuite sont importants).

3.3.ELECTRODE DE REFERENCE AU CALOMEL

A titre indicatif : type C8 de TACUSSEL.

3.4.AGITATEUR AVEC BARREAU MAGNETIQUE

3.5.FIOLES JAUGEES

de 100 ml, 500 ml et de 1 litre.

3.6.PIPETTES

de 2 - 5 - 10 - 20 - 25 et 50 ml.

3.7.BECHERS EN PLASTIQUE

de 50 ml, 150 ml et de 1 litre.

3.8.EPROUVETTES

de 100 ml.

3.9.FLACONS EN PLASTIQUE

3.10.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

4. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1. EAU DEMINERALISEE

4.2. POTASSIUM FLUORURE (KF)

4.3. SOLUTION ETALON

à 1 gramme par litre d'ions fluor (F^-).

- Peser exactement 3,05 grammes de potassium fluorure (4.2) à l'aide de la balance (3.10), les dissoudre avec un peu d'eau dans une fiole de 1 litre (3.5) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).
- Utiliser de préférence la solution "TITRISOL" référence 9869 de MERCK.

Nota : Cette solution doit être conservée dans un flacon (3.9).

4.4. SOLUTION ETALON

à 100 ppm d'ions fluor (F^-).

Réaliser une dilution au dixième de la solution (4.3) avec de l'eau (4.1).

4.5. ACIDE ACETIQUE

(CH_3COOH), 100 %.

4.6. SODIUM CHLORURE

(NaCl).

4.7. TRI-SODIUM CITRATE

($Na_3C_6H_5O_7$, $2H_2O$).

4.8. SODIUM HYDROXYDE

(NaOH) 10 M.

4.9. SOLUTION TAMPON

- Introduire dans un bécher de 1 litre (3.7) 700 ml d'eau (4.1), 57 ml d'acide acétique (4.5), 58 grammes de sodium chlorure (4.6) et 3,6 grammes de tri-sodium citrate (4.7).
- Ajuster au pH 5,3 avec du sodium hydroxyde (4.8).
- Compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).
- A titre indicatif les solutions tampons référence TISAB d'ORION et référence TAFIC de TACUSSEL peuvent être utilisées.