

**BAINS DE PHOSPHATATION TYPE TRICATION
DOSAGE DES PHOSPHATES
(SPECTROPHOTOMETRIE ULTRAVIOLET VISIBLE)**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant le dosage des phosphates contenus dans les bains de phosphatation du type trication et dans les produits de montage.

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

Elle est applicable pour des teneurs comprises entre 10 et 20 g/l en ions phosphates (PO_4^{3-}).

2.PRINCIPE

Les orthophosphates réagissent avec la solution vanadomolybdique en milieu acide nitrique pour donner une coloration jaune qui peut être déterminée par spectrophotométrie à 420 nm.

3.APPAREILLAGE

3.1.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.2.SPECTROPHOTOMETRE ULTRAVIOLET-VISIBLE

3.3.FIOLES JAUGEES

de 100 ml et de 1 litre.

3.4.MICROBURETTES

de 10 ml.

3.5.PIPETTES

de 2 ml.

4.REACTIFS

Tous les réactifs indiqués ci-dessous doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE NITRIQUE

concentré (HNO_3) : $d = 1,42$.

4.3.SOLUTION A

900 ml d'acide (4.2) plus 100 ml d'eau (4.1).

4.4.AMMONIUM MONOVANADATE (NH_4VO_3) .**4.5.SOLUTION B**

Peser exactement 3,34 grammes d'ammonium monovanadate (4.4) à l'aide de la balance (3.1), les dissoudre dans de l'eau (4.1) chaude. Après dissolution, ajouter 20 ml d'acide (4.2) et ajuster à 1000 ml avec de l'eau (4.1).

4.6.AMMONIUM HEPTAMOLYBDATE $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}, 4\text{H}_2\text{O}]$.**4.7.SOLUTION C**

Dissoudre 100 grammes d'ammonium heptamolybdate (4.6) dans de l'eau (4.1) chaude et ajuster à 1000 ml.

4.8.POTASSIUM DIHYDROGENOPHOSPHATE (KH_2PO_4) .**4.9.SOLUTION ETALON DE PHOSPHATE**

Peser 1,432 gramme de potassium dihydrogénophosphate (4.8) à l'aide de la balance (3.1), les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole de 1 litre (3.3) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1). Ceci correspond à 1 mg/ml d'ions phosphates (PO_4^{3-}).

4.10.REACTIF VANADOMOLYBDIQUE

Additionner les trois solutions A (4.3), B (4.5) et C (4.7), une fois refroidies, dans l'ordre suivant : B + C + A.

Nota : Ce réactif est une solution jaune pâle.

5.MODE OPERATOIRE**5.1.ETALONNAGE**

- Introduire dans une série de fioles de 100 ml (3.3) à l'aide d'une microburette (3.4) successivement 1 - 2 et 3 ml de solution étalon de phosphate (4.9), ce qui correspond respectivement à 1 - 2 et 3 mg de phosphate.
- Ajouter ensuite, dans chaque fiole (3.3), 25 ml du réactif (4.10).
- Ajuster à 100 ml avec de l'eau (4.1) et laisser reposer quelques minutes.
- Effectuer un essai à blanc en mélangeant une part de réactif (4.10) avec trois parts d'eau (4.1).
- Ajuster le zéro sur l'essai à blanc à l'aide du spectrophotomètre (3.2) à 420 nanomètres.
- Insérer ensuite les différentes solutions étalons et mesurer leur densité optique par rapport à l'essai à blanc.

5.2.DOSAGE DES PHOSPHATES**5.2.1.CAS DES BAINS DE PHOSPHATATION**

- Prélever 5 ml de bain et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).
- Introduire 2 ml de cette dilution à l'aide d'une pipette (3.5) dans une fiole de 100 ml (3.3).
- Ajouter 25 ml de réactif (4.10) et compléter à 100 ml avec de l'eau (4.1).
- Attendre deux à trois minutes et lire la densité optique par rapport à l'essai à blanc.

5.2.2.CAS DES PRODUITS CONCENTRES SERVANT AU MONTAGE OU AU MAINTIEN DES BAINS

- Préparer une solution à 60 g/l pour se retrouver dans les mêmes proportions que dans les bains de phosphatation.
- Procéder ensuite comme indiqué au paragraphe 5.2.1.