

**BAINS DE PHOSPHATATION TYPE TRICATION
ACIDITES LIBRES ET TOTALE
(POTENTIOMETRIE)**

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 la détermination des acidités libre et totale, des bains de phosphatation du type trication, par potentiométrie.

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

2.PRINCIPE

Détermination des acidités libre et totale par la mesure des points d'équivalence à l'aide d'un pH-mètre.

3.APPAREILLAGE

3.1. PH-METRE OU TITRIMETRE AUTOMATIQUE

à pH présélectionné.

3.2.ETUVE

pouvant atteindre 130 °C.

3.3.AGITATEUR AVEC BARREAU MAGNETIQUE

3.4.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.5.DESSICCATEUR

3.6.BURETTE

de 25 ml graduée au dixième de millilitre.

3.7.PIPETTES GRADUEES

de 10 et 100 ml.

3.8.FIOLE JAUGEE

de 1 litre.

3.9.BECHER

de 250 ml.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE**4.2.SODIUM HYDROXYDE**

(NaOH) en pastilles.

4.3.SOLUTION DE SODIUM HYDROXYDE (M/10)

Peser exactement 4 grammes de sodium hydroxyde (4.2), à l'aide de la balance (3.4), les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.8) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).

Nota : La normalité exacte de cette solution peut être déterminée par l'acide chlorhydrique 0,1 M (solution étalon "Normadose" de PROLABO : référence 32 051.605).

4.4.POTASSIUM HYDROGENOPHTALATE

(C₈H₅KO₄).

4.5.SOLUTION TAMPON

pH 4,00 à 25 °C.

Utiliser de préférence la solution "Normadose" de PROLABO : référence 32 084.608.

On peut également préparer cette solution selon le processus indiqué ci-dessous. Sécher pendant 2 heures le potassium hydrogénophthalate (4.4) dans l'étuve (3.2) réglée à une température située entre 110 °C et 130 °C. Peser 10,21 grammes à l'aide de la balance (3.4), les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.8) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).

4.6.POTASSIUM DIHYDROGENOPHOSPHATE

(KH₂PO₄).

4.7.DI-SODIUM HYDROGENOPHOSPHATE

(Na₂HPO₄, 2H₂O).

4.8.SOLUTION TAMPON

pH 7,00 à 25 °C.

Utiliser de préférence la solution "Normadose" de PROLABO : référence 32 087.608.

On peut également préparer une solution pH 6,86 à 25 °C selon le processus indiqué ci-dessous.

Peser 3,40 grammes de potassium dihydrogénophosphate (4.6) et 4,45 grammes de di-sodium hydrogénophosphate (4.7) à l'aide de la balance (3.4), les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.8) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).

Nota : Il est recommandé de conserver les solutions tampons au réfrigérateur.

Les solutions utilisées quotidiennement doivent être conservées six semaines au maximum.

5.MODE OPERATOIRE

Etalonner au préalable le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (4.5) et (4.8).

5.1.DETERMINATION DE L'ACIDITE LIBRE

- Prélever 100 ml de bain à l'aide d'une pipette de 100 ml (3.7), les introduire dans un bécher (3.9) et mettre sous agitation à l'aide de l'agitateur (3.3).
- Plonger les électrodes dans le bécher (3.9).
- Verser goutte à goutte la solution (4.3), contenue dans la burette (3.6) jusqu'à ce que la valeur du pH obtenue soit égale à 3,6.
- Soit N₁ le nombre de millilitres de solution (4.3) versés.