

PRODUITS DE PHOSPHATATION ACIDITES LIBRE ET TOTALE (POTENTIOMETRIE EN DERIVEE)

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 de déterminer avec précision les acidités libre et totale des produits de phosphatation concentrés servant au montage ou au maintien des bains de phosphatation indépendamment de l'opérateur et de l'étalonnage de l'électrode.

2.PRINCIPE

La courbe de titrage (variation du pH en fonction du volume de solution titrante) est tracée par potentiométrie en dérivée et donne deux pics. Le sommet du premier pic correspond à l'acidité libre et le sommet du deuxième pic à l'acidité totale.

Nota : Entre ces deux pics très nets apparaît un pic mal défini qu'il ne faut pas prendre en compte car il correspond à la précipitation du zinc (voir exemple de diagramme en annexe).

3.APPAREILLAGE

3.1.TITRATEUR AUTOMATIQUE

à vitesse d'écoulement asservie à l'évolution du potentiel par rapport au temps avec enregistreur asservi à l'aide d'un moteur pas à pas.

3.2.ELECTRODE

pour mesure du pH.

3.3.BALANCE

au dixième de milligramme près.

3.4.FIOLE JAUGEE

de 1 litre.

3.5.PIPETTES

de 5 et 10 ml.

3.6.BECHER

de 150 ml.

3.7.AGITATEUR AVEC BARREAU MAGNETIQUE

4.REACTIFS

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.SODIUM HYDROXYDE

(NaOH) en pastilles.

4.3.SOLUTION DE SODIUM HYDROXYDE 0,1 M

Peser exactement 4 grammes de sodium hydroxyde (4.2) à l'aide de la balance (3.3), les dissoudre avec un peu d'eau (4.1) dans une fiole (3.4) et compléter à 1 litre avec de l'eau (4.1).

4.4.ACIDE CHLORHYDRIQUE 0,1 M

Utiliser de préférence la solution étalon "Normadose" de PROLABO : référence 32 051.605.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PRISE D'ESSAI

Se reporter à chaque fois au procès-verbal de contrôle du fournisseur pour les dilutions et la prise d'essai qui peuvent varier selon les produits.

5.2.ETALONNAGE DE LA SOLUTION DE SODIUM HYDROXYDE (4.3)

Titrer la solution de sodium hydroxyde (4.3) à l'aide de la solution d'acide (4.4).

5.3.TITRAGE

- Introduire le prélèvement à l'aide d'une pipette (3.5) dans le bécher (3.6).
- Ajouter environ 50 ml d'eau (4.1).
- Mettre sous agitation avec l'agitateur (3.7).
- Effectuer la titration en mode dérivé à l'aide du titrateur (3.1) et de l'électrode (3.2).
- Suivre le potentiel (signal dérivé) en fonction de l'addition de la solution (4.3).

6.EXPRESSION DES RESULTATS

L'enregistreur étant asservi à la burette automatique du titrateur (3.1), la distance mesurée entre le point de départ de la titration et le sommet du premier pic correspond à l'acidité libre, la distance mesurée entre le point de départ de la titration et le sommet du deuxième pic correspond à l'acidité totale. Ces deux acidités doivent être exprimées en millilitres de solution (4.3) utilisés.

7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- la référence exacte du produit examiné et le nom du fournisseur,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.