

BAINS DE PHOSPHATATION AU ZINC DOSAGE DES CHLORATES

Page 1/3

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant le dosage de la quantité de chlorate contenue dans les bains de phosphatation au zinc.

2.PRINCIPE

Le chlorate est réduit par le sulfate ferreux (sel de MOHR) en présence d'acide sulfurique concentré. L'excès de sulfate ferreux est ensuite titré par le permanganate de potassium.

3.APPAREILLAGE

3.1.BAIN DE SABLE THERMOSTATE (300 °C)

3.2.THERMOMETRE

de 100 °C $\pm$ 0,1 °C.

3.3.ERLENMEYER

de 300 ml.

3.4.BURETTE GRADUEE

de 25 ml.

3.5.PIPETTE

de 10 ml.

3.6.BURETTE

de 25 ml.

3.7.FIOLE JAUGEE

de 100 ml.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DEMINERALISEE

4.2.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE,

d = 1,83, dilué à 50 % (v/v) avec de l'eau (4.1).

4.3.SOLUTION DE SULFATE FERREUX

(Fe So₄, 7 H₂ O), N/10.

- Peser 40 grammes de sel de MOHR (sulfate de fer ferreux et d'ammonium).
- Le dissoudre dans de l'eau (4.1) en ajoutant 100 ml d'acide sulfurique (4.2).
- Amener à un litre avec de l'eau (4.1).
- Cette solution doit être étalonnée toutes les semaines par la solution de permanganate de potassium (4.4), en faisant un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires, en mettant seulement la prise d'essai.

4.4.SOLUTION DE PERMANGANATE DE POTASSIUM

(KMn O₄) N/10.

Dissoudre 3,16 grammes de permanganate de potassium dans une fiole (3.7) et compléter à 1000 ml avec de l'eau (4.1).

5.MODE OPERATOIRE

- Prélever avec la pipette (3.5) 10 ml du bain à analyser dans un erlenmeyer (3.3).
- Ajouter 25 ml d'eau (4.1) puis 10 ml d'acide (4.2) à l'aide de la burette (3.6).
- Chauffer l'ensemble sur le bain de sable (3.1) à 55 °C durant 3 minutes.
- Vérifier la température à l'aide du thermomètre (3.2).

Nota : *Il est impératif de ne pas dépasser cette température.*

- Refroidir ensuite l'ensemble.
- Ajouter environ 25 ml d'eau (4.1) puis exactement 25 ml de solution (4.3) à l'aide de la burette (3.4).
- Additionner alors lentement et par petites fractions, en refroidissant dans un bain d'eau, 25 ml d'acide (4.2).
- Attendre 10 minutes puis titrer en retour avec la solution (4.4) jusqu'à l'obtention d'une légère teinte rose persistante pendant 30 secondes au moins.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

Le pourcentage de chlorate est donné par la relation suivante :

$$\% \text{ClO}_3 = \frac{(N - n) 1,39 \cdot 1000}{10 \cdot 1000} = (N - n) 0,139$$

Dans laquelle : N = nombre de millilitres de solution (4.3) utilisé,
n = nombre de millilitres de solution (4.4) utilisé.

7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence à la présente méthode,
- la référence du bain,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.