

BAINS DE PHOSPHATATION AU ZINC DOSAGE DES NITRATES

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 le dosage de la quantité de nitrates contenue dans les bains de phosphatation au zinc.

2.PRINCIPE

Entraînement à la vapeur d'eau en milieu alcalin et à l'ébullition de l'ammoniac (NH_3) formé par réaction de l'alliage de DEWARDA avec les nitrates et qui est recueilli dans une quantité connue et en excès d'une solution d'acide. L'excès d'acide est ensuite titré en retour par l'hydroxyde de sodium.

3.APPAREILLAGE

3.1.APPAREIL DE DISTILLATION

par entraînement à la vapeur d'eau (voir schéma en annexe).

3.2.ERLENMEYER

de 300 ml.

3.3.BURETTES DE PRECISION

de 25 ml.

3.4.EPROUVETTE

de 50 ml.

3.5.PIPETTE

de 25 ml.

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.ACIDE SULFURIQUE

(H_2SO_4) N/5 ou N/10, suivant les teneurs en NH_3 .

4.2.HYDROXYDE DE SODIUM

(Na OH) N/5 ou N/10, suivant les teneurs en NH_3 .

4.3.SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM

à 500 g/l.

4.4.ETHANOL

4.5.ROUGE DE METHYLE**4.6.BLEU DE METHYLE****4.7.INDICATEUR COLORE DE TASHIRO**

Préparer une solution de 100 mg de rouge de méthyle (4.5) dans de l'éthanol (4.4) et une solution de 40 mg de bleu de méthylène (4.6) dans de l'éthanol (4.4) puis mélanger les deux solutions.

4.8.ALLIAGE DE DEWARDA

(Par exemple PROLABO référence 20 942.18).

5.MODE OPERATOIRE

- Prélever à l'aide de la pipette (3.5) 25 ml du bain à analyser.
- Introduire la quantité prélevée dans le ballon A de l'appareil (3.1).
- Ajouter 1 g $\pm$ 0,1 g d'alliage (4.8).
- Introduire 25 ml d'acide (4.1) dans l'erlenmeyer (3.2) à l'aide de la burette (3.3).
- Ajouter 50 ml d'hydroxyde de sodium (4.3) à la prise d'essai.
- Mettre en marche l'appareil de chauffage (3.1).
- Laisser distiller jusqu'à obtention d'un volume de 200 ml dans l'erlenmeyer (3.2).
- Ajouter 5 à 6 gouttes d'indicateur (4.7) et titrer avec la solution (4.2).

6.EXPRESSION DES RESULTATS

Sachant que 1 ml de Na OH (N/5) correspond à 12,4 mg de NO_3^- , la quantité Q de nitrates (NO_3^-) exprimée en grammes par litre est déterminée par la relation suivante :

$$Q = \frac{[25 - (N - n)] 12,4 \cdot 1000}{25 \cdot 1000} = [25 - (N - n)] 0,496$$

Dans laquelle : N = nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium (4.2) utilisé,
n = nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium (4.2) utilisé pour l'essai à blanc avec l'alliage (4.8).

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.