

LIQUIDES D'USINAGE DOSAGE DES NITRITES

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet le dosage des nitrites dans les liquides d'usinage aqueux neufs ou usagés. La quantité de nitrites à doser doit être comprise entre 0 et 2 mg/litre.

2.PRINCIPE

Le diazotation de l'acide sulfanilique et sa copulation avec l' α -naphthylamine à un pH compris entre 1,7 et 3 donnent un complexe coloré rouge-violacé susceptible d'un dosage colorimétrique. Les matières colorantes gênantes sont préalablement éliminées par absorption sur charbon activé.

3.REACTIFS

3.1.NITRITE DE SODIUM ANHYDRE

qualité pour analyse.

3.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE 1 N

3.3.ACIDE SULFURIQUE

qualité pour analyse.

3.4.SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

qualité pour analyse, à 5 % en volume.

3.5.PERMANGANATE DE POTASSIUM 0,1 N

3.6.CHARBON VEGETAL ACTIVE EN POUDRE

3.7.CHLOROFORME

qualité pour analyse.

3.8.SOLUTION DE SULFANILAMIDE

(ou amino-4 benzènesulfonamide).

Dissoudre 1 g de sulfanilamide dans 160 ml d'acide chlorhydrique 1 N (3.2).

3.9.SOLUTION DICHLORHYDRATE DE N-NAPHTHYLETHYLENEDIAMINE

Dissoudre 0,1 g de ce produit dans 100 ml d'eau distillée. Ces deux réactifs (3.8 et 3.9) se conservent environ un mois à l'abri de la lumière.

4. APPAREILLAGE

4.1. CELLULE HI-FLUX

90 mm (appareil d'ultrafiltration Millipore XX42.090-52).

4.2. MEMBRANE RHONE POULENC TYPE IRIS 3042

seuil de coupure 70 000 ou tout autre type de membrane Millipore avec seuil de coupure similaire.

4.3. APPAREIL DE FILTRATION SOUS VIDE

Millipore XX 10.047-00.

4.4. FILTRES

Millipore de 0,45 µm SMWP 047-00.

4.5. PHOTOCOLORIMETRE AVEC CUVE

de 1 cm.

4.6. PH-METRE

4.7. AGITATEUR MAGNETIQUE AVEC BARREAU AIMANTE

4.8. BANDELETTES MERCOQUANT INDICATRICES DE NITRITES

(NITRIT TEST MERCK - Article 10.007).

4.9. MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

5. SOLUTIONS ETALONS

5.1. SOLUTION-MERE DE NITRITE

(1 g/l de NO_2^-)

Peser 1,5 g $\pm$ 0,01 g de nitrite de sodium séché 1 heure à 105 °C. Les dissoudre dans 750 ml d'eau distillée. Ajouter 1 ml de chloroforme et compléter à 1000 ml.

1 ml $\rightarrow$ 1 mg NO_2^-

Cette solution doit se contrôler de la façon suivante :

- Dans un bécher de 250 ml contenant 100 ml d'eau distillée, ajouter 10 ml de permanganate de potassium 0,1 N et 2 ml d'acide sulfurique. Chauffer à 40 °C.
- La solution-mère de nitrite est introduite dans une burette dont la pointe plonge dans le bécher. Le titrage doit se faire lentement surtout vers le début du virage.
- La décoloration de 10 ml de permanganate de potassium doit nécessiter 23 ml de la solution-mère de nitrite.

$$2 \text{ K Mn O}_4 + 5 \text{ Na NO}_2 + 3 \text{ H}_2 \text{ SO}_4 \rightarrow 2 \text{ Mn SO}_4 + \text{ K}_2 \text{ SO}_4 + 5 \text{ Na NO}_3 + 3 \text{ H}_2 \text{ O}$$

5.2. SOLUTION-FILLE DE NITRITE

Introduire 5 ml de solution-mère de nitrite dans une fiole jaugée de 1 litre. Ajuster à l'eau distillée.

1 ml $\rightarrow$ 0,005 mg NO_2^-

Cette solution doit être préparée au moment de l'emploi.