

BAINS DE PHOSPHATATION AU ZINC DOSAGE DES PHOSPHATES

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 phosphates contenue dans les bains de phosphatation au zinc.

2.PRINCIPE

Après attaque perchlorique et précipitation du complexe phosphomolybdique, ce dernier est séparé par filtration puis traité par un excès de solution titrée d'hydroxyde de sodium dont l'excès est déterminé par l'acide sulfurique.

3.APPAREILLAGE

3.1.PLAQUE CHAUFFANTE

3.2.FILTRES EN PAPIER

pour précipités fins.

3.3.ERLENMEYER

de 300 ml.

3.4.EPROUVETTE

de 50 ml.

3.5.PIPETTE

de 2 ml.

3.6.PIPETTE

de 10 ml.

3.7.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.ACIDE PERCHLORIQUE

(HClO_4) à 65 %, $d = 1,61$.

4.2.SODIUM DISULFITE

($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) à 4 % (v/v) dans de l'eau (4.11) en flacon polyéthylène.

4.3.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃), d = 1,38.

4.4.AMMONIUM NITRATE

(NH₄NO₃) à 25 % (v/v) dans de l'eau (4.11).

4.5.AMMONIUM HEPTAMOLYBDATE

[(NH₄)₆ Mo₇O₂₄, 1,5 H₂O].

4.6.AMMONIUM NITRATE

(NH₄NO₃) à 1 % (v/v) dans de l'eau (4.11).

4.7.SOLUTION DE SODIUM HYDROXYDE

(NaOH), 1N.

4.8.SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

(H₂SO₄), 1N.

4.9.SOLUTION DE PHENOLPHTALEINE

à 1 % (m/m) dans de l'éthanol.

4.10.REACTIF MOLYBDIQUE

Mélange de 150 g de réactif (4.5) + 60 g de réactif (4.6) dans 1 litre d'eau (4.11).

Verser cette solution dans 1 litre d'acide (4.3).

4.11.EAU DISTILLEE**5.MODE OPERATOIRE**

- Prélever à l'aide d'une pipette (3.5) 2 ml du bain à analyser et les introduire dans l'erlenmeyer (3.3).
- Ajouter à l'aide de la pipette (3.6) 10 ml d'acide (4.1) et chauffer le tout sur la plaque (3.1) jusqu'à apparition de fumées blanches.
- Retirer l'erlenmeyer de la plaque et laisser refroidir.
- Ajouter alors, à l'aide de la pipette (3.6), 10 ml de réactif (4.2) et 15 ml d'eau (4.11) et faire bouillir l'ensemble pendant 1 minute sur la plaque (3.1).
- Ajouter ensuite, à l'aide de la pipette (3.6), 10 ml d'acide (4.3) puis amener l'ensemble à ébullition.
- Retirer l'erlenmeyer de la plaque (3.1) et ajouter, à l'aide de l'éprouvette (3.4), 40 ml de réactif (4.4). Tout en agitant, ajouter alors à l'aide de l'éprouvette (3.4), 50 ml de réactif (4.10). Il se forme un précipité jaune de phosphomolybdate d'ammonium que l'on laisse reposer au fond de l'erlenmeyer.
- Filtrer ce précipité sur un filtre (3.2), lorsque la solution surnageante devient limpide.
- Faire tomber la totalité du précipité dans le filtre en rinçant l'erlenmeyer et le filtre plusieurs fois et par petite quantité avec la solution (4.6) et ceci jusqu'à disparition complète de toute trace d'acidité. La neutralité peut être vérifiée en faisant tomber quelques gouttes de l'entonnoir de filtration dans une solution d'hélianthine.
- Terminer le lavage du filtre par deux rinçages avec de l'eau (4.11).
- Introduire le filtre et le précipité dans l'erlenmeyer ayant servi à la précipitation.
- Ajouter de la solution (4.7) en excès jusqu'à disparition du précipité jaune puis 50 ml d'eau (4.11) et quelques gouttes d'indicateur qui vire alors au rose.
- Titrer l'excès d'hydroxyde de sodium par la solution (4.8) jusqu'à disparition de la teinte rose.