

SOLVANTS CHLORES ESSAI D'OXYDATION ACCELERE

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai a pour objet de décrire le mode opératoire de l'essai d'oxydation accélérée du solvant chloré organique sous l'action combinée de la lumière, de la chaleur et de l'oxygène humide, en présence d'éprouvettes d'acier et d'aluminium.

2.APPAREILLAGE

2.1.VERRERIE COURANTE DE LABORATOIRE

2.2.APPAREIL SPECIAL

(voir schéma en annexe) comprenant :

2.2.1.ERLENMEYER DE 500 ML EN PYREX

à col rodé surmonté d'un réfrigérant droit.

2.2.2.UNE SOURCE DE LUMIERE ET DE CHALEUR

constituée par une lampe à incandescence en verre dépoli de puissance convenable, l'échantillon de solvant devant être maintenu à l'ébullition.

Exemple :

trichloréthylène : lampe à incandescence 150 Watt

trichloréthane : lampe à incandescence 150 Watt

perchloréthylène : lampe à incandescence 200 Watt

Il est nécessaire de changer les lampes assez souvent, par exemple après 3 essais.

2.2.3.UN APPAREIL D'ALIMENTATION EN OXYGENE

dont le débit au niveau de l'ermenmeyer soit réglé à 10-12 bulles par minute. Le tube de sortie du compte-bulles traverse le réfrigérant et se prolonge à l'intérieur de l'ermenmeyer jusqu'à 6 mm du fond.

2.2.4.DEUX EPROUVETTES D'ACIER CC35, DEUX EPROUVETTES D'ALUMINIUM AU4G

de dimensions 40 x 8 mm, épaisseur 3 (- 0,2 / 0) mm.

Les essais seront effectués séparément sur chaque type d'éprouvette.

Ces éprouvettes seront préalablement polies au papier abrasif de 400 puis de 600.

Chaque éprouvette est immergée consécutivement dans chacun des liquides suivants : eau, alcool éthylique, acétone ; elles sont placées ensuite pendant 2 heures au dessiccateur.

3.REACTIFS

- Eau distillée.
- Solution de soude (pour analyses) à 0,1 N ou 0,01 N.
- Solution éthanolique de bleu de bromothymol 1 %.

4.MODE OPERATOIRE

- Introduire dans l'erenmeyer de 500 ml, 200 ml d'échantillon.
- Suspendre une éprouvette au dessus du liquide (dans la phase vapeur) à l'aide d'un fil de polyéthylène téréphtalate.
- Placer la deuxième éprouvette au fond de l'erenmeyer (dans la phase liquide) tout en la maintenant à l'aide d'un fil de nylon permettant de la retirer facilement.
- Adapter le réfrigérant sur l'erenmeyer et rectifier éventuellement la position du tube d'arrivée d'oxygène pour que son extrémité soit à 6 mm du fond de la fiole.
- Faire passer l'oxygène saturé d'eau à $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ et régler le débit à 10-12 bulles par minute.
- Faire circuler l'eau du réfrigérant et allumer la lampe.
- Laisser l'essai se poursuivre pendant 48 heures en réglant le débit d'eau de refroidissement pour que pendant tout l'essai la condensation se produise seulement dans la moitié inférieure du réfrigérant.
- Eteindre la lampe à la fin de l'essai.
- Arrêter l'arrivée d'oxygène.
- Laisser refroidir l'erenmeyer ; la solution obtenue est appelée solution A.
- Introduire 25 ml d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250 ml bouché émeri. Ajouter 3 gouttes de bleu de bromothymol et neutraliser par NaOH 0,01 N jusqu'à faible coloration bleue.
- Introduire 25 ml de solution A prélevée à l'aide d'une pipette de précision.
- Fermer l'erenmeyer et agiter pendant 30 secondes.
- Titrer par NaOH 0,1 N ou 0,01 N jusqu'à faible coloration bleue ; fermer et agiter la fiole. Si la coloration bleue disparaît, continuer le titrage goutte à goutte jusqu'à faible coloration bleue.
- Retirer les éprouvettes à l'aide des fils ; sécher avec du papier Joseph et noter l'état des éprouvettes.

5.EXPRESSION DES RESULTATS

Test d'oxydation accélérée exprimé en HCl% masse

$$\frac{t . a . 36,5 . 100}{1000 . 25 . d} = \frac{t . a . 7,3}{50 . d}$$

Soit : t : titre exact de la soude

a : volume en ml de soude

d : densité du solvant en kg/dm^3

La valeur obtenue doit être $\leq 0,02\%$ ou 200 ppm.

6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal doit indiquer outre le résultat obtenu, la référence à la présente méthode d'essai et toutes conditions particulières différentes de celles décrites et susceptibles d'avoir agi sur les résultats.