

## EAUX RESIDUAIRES DOSAGE DE L'HYDRAZINE DANS L'EAU

Page 1/6

### SANS RESTRICTION D'UTILISATION

#### AVANT-PROPOS

*La méthode molybdométrique (A) est simple et rapide. Elle ne nécessite aucun appareillage particulier. Elle est en général applicable aux eaux résiduaires incolores ou faiblement colorées, ayant une teneur en hydrazine au moins égale à 5 mg/l. La présence d'éléments très oxydants, à température relativement élevée, peut entraîner des erreurs importantes dans les résultats. C'est le cas du bichromate de potassium et de certains ions métalliques n'étant pas à leur degré d'oxydation maximum.*

*La méthode spectrophotométrique (B), plus complexe, est plus particulièrement utilisable pour les faibles concentrations, les solutions de couleur sombre et les solutions contenant des éléments oxydants.*

## 1.METHODE A

### 1.1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant de doser quantitativement l'hydrazine contenue dans les eaux résiduaires.

### 1.2.PRINCIPE

L'hydrazine est oxydée quantitativement en azote par le molybdène (VI) en milieu sulfurique. Le molybdène (V) libéré en quantité stoechiométrique par rapport à l'hydrazine consommée est dosé par titrage avec une solution standard de vanadate d'ammonium, en utilisant le diphénylaminosulfonate de baryum comme indicateur coloré.

### 1.3.APPAREILLAGE

- 2 erlenmeyers de 250 ml.
- 2 fioles jaugées de 1000 ml.
- 2 pipettes de 10 ml.
- 1 pipette de 5 ml.
- 1 pipette de 1 ml.
- 2 burettes de précision de 25 et 50 ml.
- 2 fioles jaugées de 100 ml.
- 1 fiole jaugée de 500 ml.

## 1.4.REACTIFS

- Acide sulfurique 4 N.
- Vanadate d'ammonium non hydraté ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ).
- Eau distillée.
- Acide phosphorique concentré.
- Soude caustique en pastilles.
- Solution de diphénylaminosulfonate de baryum à 0,2 % dans l'eau.
- Solution de molybdate d'ammonium 0,2 N : dans une fiole jaugée de 500 ml, introduire environ 123,6 g de molybdate d'ammonium  $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24}, 4\text{H}_2\text{O}]$  et environ 450 ml d'eau : éventuellement, chauffer la fiole dans un bain d'eau à 50-60 °C pour faciliter la dissolution. Laisser refroidir et compléter à 500 ml.
- Solution de sel de Mohr 0,1 N (sulfate double de fer et d'ammonium) : dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 3,92 g de sel de Mohr, environ 90 ml d'eau, 5 ml d'acide sulfurique et agiter. Après dissolution totale, compléter à 100 ml avec de l'eau distillée.
- Solution de vanadate de sodium 0,05 N  
Préparation : dans un erlenmeyer de 250 ml, introduire 50 ml d'eau, 2,1 g de soude caustique, agiter pour favoriser la dissolution, ajouter 5,85 g de vanadate d'ammonium. Chauffer modérément pour éliminer l'ammoniac formé et dissoudre le vanadate d'ammonium. Laisser revenir à la température ambiante et compléter à 1000 ml avec de l'eau.  
Titrer la solution de vanadate de sodium avec la solution de sel de Mohr 0,1 N en ajoutant quelques gouttes de réactif coloré dans la solution à titrer.

**Nota :** Les différents produits de base utilisés sont tous de qualité pour analyse.

## 1.5.MODE OPERATOIRE

- Introduire dans un erlenmeyer de 250 ml un volume connu de l'échantillon d'eau à doser, 10 ml de molybdate d'ammonium 0,2 N, 10 ml d'acide sulfurique 4 N et agiter.
- Compléter à environ 50 ml avec de l'eau distillée.
- Introduire l'erlenmeyer dans un bain d'eau bouillante pendant 15 minutes.
- Laisser refroidir, ajouter 5 ml d'acide phosphorique et agiter.
- Ajouter 0,1 ml de réactif coloré.
- Titrer avec la solution standard de vanadate de sodium. La coloration passe du bleu vert au bleu violet.

**Nota :** Les eaux troubles doivent être filtrées sur papier filtre avant dosage. Faire éventuellement des dilutions si la solution est trop concentrée. La prise d'essai doit contenir de 0,16 à 3,2 mg d'hydrazine. Cette méthode ne peut être utilisée qu'en l'absence d'éléments très oxydants tels que le cérium (IV), bichromates et vanadates.