

# Méthodes de dosage de la soude

## Détermination des alcalinités libre et totale dans les solutions d'hypochlorite de sodium

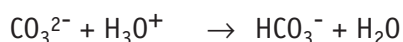
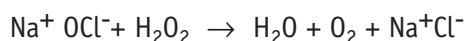
### 1 Dosage de l'alcalinité libre et totale par méthode volumétrique

#### a. Champ d'application

Cette méthode ne s'applique qu'aux solutions aqueuses d'hypochlorite de sodium. Pour les Eaux de Javel parfumées, la méthode est à qualifier.

#### b. Principe

Ce dosage colorimétrique à 2 indicateurs colorés se réalise après destruction de l'hypochlorite de sodium par du peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée). L'alcalinité est dosée par l'acide chlorhydrique :



On observe 2 virages  $V_1$  et  $V_2$  :

$V_1$  est le volume d'acide coulé pour neutraliser l'alcalinité libre et la première alcalinité des carbonates

$V_2$  est le volume d'acide coulé pour neutraliser l'alcalinité libre et la totalité des carbonates.

#### c. Réactifs

- Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée) à 7 % p/p fraîchement préparé et neutralisé à pH = 7 avec de la soude (hydroxyde de sodium) 0,1 N
- Acide chlorhydrique 0,1 N exactement titré
- Hélianthine (méthyl-orange) – zone de virage entre pH 3 et 4,4
- Phénolphthaléine – zone de virage entre pH 8,2 et 10
- Eau déminéralisée fraîchement bouillie et refroidie

#### d. Appareillage

- pipettes de précision de 10, 20 et 25 ml
- erlenmeyer de 250 ml
- burette de 25 ml
- pH-mètre de laboratoire avec électrode de verre

### e. Mode opératoire

- Prélever la prise d'essai V (voir note 1) à l'aide d'une pipette de précision. Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 250 ml. Ajouter environ 100 ml d'eau déminéralisée fraîchement bouillie et refroidie. Ajouter lentement 20 ml d'eau oxygénée diluée et neutralisée ; le bouillonnement doit avoir cessé avant de commencer la titration.
- Titrer en présence de 3 gouttes de phénolphthaléine avec l'acide chlorhydrique 0,1 N jusqu'à disparition de la teinte rose. Noter le volume  $V_1$  d'acide nécessaire. Ajouter alors 4 à 5 gouttes d'hélianthine et continuer le dosage jusqu'au virage du jaune au jaune-orangé (voir note 2). Noter le volume  $V_2$ .

**Note 1 :** Les quantités recommandées de solution d'hypochlorite de sodium à utiliser pour cette méthode sont fonction de la concentration en chlore actif :

- pour un Concentré de Javel à 9,6% de chlore actif, utiliser une prise d'essai de 10 ml.
- pour une Eau de Javel à 2,6% de chlore actif, utiliser une prise d'essai de 25 ml.

**Note 2 :** Au cours du titrage, il peut être nécessaire d'ajouter une plus grande quantité d'hélianthine, souvent une à deux gouttes en fin de titrage.

### f. Expression des résultats

L'alcalinité libre exprimée en hydroxyde de sodium (soude libre) est donnée par l'expression suivante :

$$40 \times \frac{(2V_1 - V_2) C_a}{V}$$

L'alcalinité totale exprimée en hydroxyde de sodium (soude libre) est donnée par l'expression suivante :

$$40 \times \frac{V_2 \times C_a}{V}$$

Avec

- $V_1$  le volume de HCl versé à la première équivalence (en ml),
- $V_2$  le volume de HCl versé à la deuxième équivalence (en ml),
- V le volume de la prise d'essai (en ml),
- $C_a$  la concentration de HCl (en mol/l).

Le résultat final est exprimé en g/litre. Pour obtenir l'expression du résultat en % pondéral (p/p) diviser le résultat par 10 fois la densité initiale mesurée sur l'échantillon.

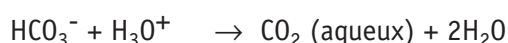
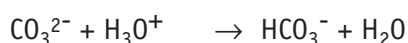
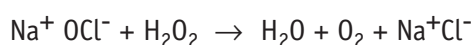
## 2 Dosage de l'alcalinité libre et totale par méthode potentiométrique

### a. Champ d'application

Cette méthode ne s'applique qu'aux solutions aqueuses d'hypochlorite de sodium. Pour les Eaux de Javel parfumées, la méthode est à qualifier.

### b. Principe

Ce dosage potentiométrique se réalise avec une électrode de verre et de l'acide chlorhydrique 0.1 N (exactement titré) après destruction de l'hypochlorite de sodium par de l'eau oxygénée (peroxyde d'hydrogène) :



On observe 2 points d'équivalence : EP<sub>1</sub> et EP<sub>2</sub>

- EP<sub>1</sub> correspond au volume d'acide coulé pour neutraliser l'alcalinité libre et la première alcalinité du carbonate
- EP<sub>2</sub> correspond au volume d'acide coulé pour neutraliser l'alcalinité libre et la totalité du carbonate

### c. Réactifs

- Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée) à 7 % p/p fraîchement préparé et neutralisé à pH 7 avec la soude (hydroxyde de sodium) 0,1 N
- Acide chlorhydrique 0,1 N exactement titré
- Eau déminéralisée fraîchement bouillie et refroidie

### d. Appareillage

- Bécher de 250 ml
- Pipettes de 10, 20 et 25 ml
- Potentiomètre équipé d'une électrode de verre ou un titrateur équipé d'une burette automatique de 20 ml

### e. Mode opératoire

Prélever la prise d'essai V (voir note 1) à l'aide d'une pipette de précision. Introduire la prise d'essai dans un bécher de 250 ml. Ajouter environ 100 ml d'eau déminéralisée fraîchement bouillie et refroidie. Ajouter lentement 20 ml d'eau oxygénée diluée et neutralisée; le bouillonnement doit avoir cessé avant de commencer la titration.

Si l'électrode n'est pas suffisamment plongeante, rajouter un volume d'eau déminéralisée (fraîchement bouillie et refroidie) puis lancer l'addition d'HCl 0,1 N via le titroprocesseur.

**Note 1 :** Les quantités recommandées de solution d'hypochlorite de sodium à utiliser pour cette méthode sont fonction de la concentration en chlore actif :

- pour un Concentré de Javel à 9,6% de chlore actif, utiliser une prise d'essai de 10 ml.
- pour une Eau de Javel à 2,6% de chlore actif, utiliser une prise d'essai de 25 ml.

### f. Expression des résultats

L'alcalinité libre exprimée en hydroxyde de sodium (soude libre) est donnée par l'expression suivante :

$$40 \times \frac{(2EP_1 - EP_2) C_a}{V}$$

L'alcalinité totale exprimée en hydroxyde de sodium (soude libre) est donnée par l'expression suivante :

$$40 \times \frac{EP_2 \times C_a}{V}$$

Avec

- EP<sub>1</sub> et EP<sub>2</sub> points d'équivalence exprimés en ml,
- V le volume de la prise d'essai (en ml)
- C<sub>a</sub> la concentration exacte de HCl (en mol/l)

Le résultat final est exprimé en g/litre. Pour obtenir l'expression du résultat en % pondéral (p/p) diviser le résultat par 10 fois la densité initiale mesurée sur l'échantillon.

# Annexe

## Procédure de mesure du pH pour les Eaux et Concentrés de Javel

Utiliser un pH mètre avec une précision à 0,02 comprenant une électrode en verre sensible aux ions hydrogène, une électrode de référence et un dispositif de compensation de température.

Pour les solutions d'hypochlorite de sodium choisir une électrode pH "haute alcalinité, haute salinité".

Les mesures choisies doivent être faites à une température déterminée (par ex.  $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ) voir document AISE.

La calibration du pH mètre doit être réalisée quotidiennement avec des solutions tampons avant d'effectuer des mesures. L'inversion de la pente doit se produire entre 95 % et 102 %. Si l'on n'observe pas de virage entre ces valeurs, il faut nettoyer ou remplacer l'électrode.

Pour calibrer le pH mètre, choisir au moins 2 ou 3 solutions tampons dont la différence de pH n'excède pas 4 unités.

Par exemple :

- pour une solution d'hypochlorite de sodium de pH entre 12 et 13 calibrer le pH mètre avec des solutions tampon à pH 10 et pH 13.
- pour des solutions avec des pH entre 9,5 et 12 calibrer le pH mètre avec des solutions tampon à pH 7, pH 10 et pH 13.