

# Application Bulletin



D'intérêt pour:

L'industrie des eaux minérales, bains curatifs, laboratoires pour l'analyse des eaux potables, laboratoires pour la surveillance des eaux de chaudières

No. 45/1 f

## Détermination colorimétrique de l'acide silicique

### Résumé

La détermination de la teneur en acide silicique est d'importance à la fois pour les minérales (eaux de source), et pour les services municipaux des eaux (les eaux percolantes). La teneur en acide silicique est d'un intérêt particulier pour les installations thermiques, où elle ne doit pas dépasser une certaine valeur-limite à cause de la volatilité de cette impureté.

La méthode classique d'analyse gravimétrique gaspille à la fois le temps et les matériaux, et exige des échantillons de plusieurs litres. La méthode citée dans les "Deutsche Einheitsverfahren" rend possible la désagrégation de l'acide silicique colloïdal par le carbonate de soude. Fresenius et Schneider ont publié une méthode selon laquelle un mélange des acides fluorhydrique et perchlorique réagit à froid avec des quantités d'acide silicique qui ne réagissent pas avec le molybdate d'ammonium, même après traitement avec le carbonate de soude.

### 1. Détermination de l'acide silicique selon la méthode "Deutsche Einheitsverfahren"

#### Réactifs

- ▶ acide chlorhydrique dilué (420 mL HCl conc. + 260 mL de l'eau distillée)
- ▶ acide oxalique 10%
- ▶ molybdate d'ammonium, 10%
- ▶ carbonate de soude, 0.25 mol/L
- ▶ solution-étalon de silice:  
faire fondre 100 mg  $\text{SiO}_2$  dans un creuset en platine avec 2 g de carbonate de soude anhydrique, et dissoudre la masse ainsi obtenue dans l'eau. Verser la solution dans une fiole jaugée et remplir à 1 litre avec l'eau distillée. 1 mL de cette solution a une teneur en  $\text{SiO}_2$  de 100  $\mu\text{g}$ .

Tous les réactifs doivent être conservés dans des flacons en matière plastique.

#### Appareillage

2.662.0010 Photomètre avec 6.1108.010 guide optique

#### Méthode

- ▶ Décomposer un échantillon de 50 mL dans un cylindre Nessler par l'addition successive de 2.5 mL de molybdate d'ammonium, 1 mL d'acide chlorhydrique dilué, et 1 mL d'acide oxalique, en bien mélangeant après chaque addition.

- ▶ Attendre 15 min, et mesurer l'extinction à 400 nm avec le Photomètre 662.

La loi de Lambert et Beer est valable pour les teneurs en silice de 0 à 10 mg/L.

#### Calcul

Evaluer les résultats par moyen d'une courbe d'étalonnage.

#### Limite de sensibilité

0.5 mg/L  $\text{SiO}_2$

#### Remarques

- ▶ Seulement l'acide silicique dissout est susceptible à être déterminé par cette méthode. Si une partie de la silice se trouve sous la forme de l'acide silicique colloïdal, la méthode suivante est indiquée:

Décomposer un échantillon de 50 mL avec 10 mL de 0.25 mol/L carbonate de soude, et réduire le volume à la moitié de l'original dans une cuvette en platine sur le bain-marie. Après refroidissement, remplir à 50 mL avec l'eau distillée et procéder comme décrit ci-dessus.

- ▶ Échantillons avec une teneur en silice dépassant 10 mg/L doivent être dilués proportionnellement.
- ▶ Rappporter les résultats au 0.1 mg le plus proche.

## Détermination colorimétrique de l'acide silicique

### 2. Détermination de l'acide silicique selon la méthode de Fresenius et Schneider

<b>Réactifs</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ mélange des acides fluorhydrique et perchlorique: 45 mL 40% HF + 45 mL 70% HClO<sub>4</sub> + 10 mL eau distillée</li> <li>▶ 10% solution de molybdate d'ammonium (régler le pH de cette solution à 8.2 avec l'hydroxyde de soude)</li> <li>▶ hydroxyde de soude, 20%</li> <li>▶ acide borique (solide)</li> <li>▶ acide nitrique (dilué 1:1)</li> <li>▶ acetate de soude, 1 mol/L</li> <li>▶ solution-étalon de silice: faire fondre 100 mg SiO<sub>2</sub> dans un creuset en platine avec 2 g de carbonate de soude anhydrique, et dissoudre la masse ainsi obtenue dans l'eau. Verser la solution dans une fiole jaugée et remplir à 1 litre avec l'eau dist. 1 mL de cette solution a une teneur en SiO<sub>2</sub> de 100 µg.</li> </ul>
<b>Appareillage</b>	2.662.0010 Photomètre avec 6.1108.010 guide optique
<b>Méthode</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Décomposer un échantillon de 50 mL sur place dans un récipient en matière plastique avec 2 mL du mélange des acides.</li> <li>▶ Prendre 10 mL de la solution et mélanger-les bien avec 2 mL NaOH et 1 g d'acide borique dans un bécher en polyéthylène.</li> <li>▶ Après 15 min, ajouter 5 mL d'acetate de soude. Le pH de la solution doit être environ 1 à 1.2.</li> <li>▶ Ajouter 10 mL de molybdate d'ammonium, verser l'échantillon dans un cylindre Nessler, et remplir à 50 mL avec l'eau distillée.</li> <li>▶ Attendre encore 15 min, et puis mesurer l'extinction à 400 nm avec le Photomètre 662.</li> </ul> <p>La loi de Lambert et Beer est valable pour les teneurs en silice de 1 à 10 mg/L .</p>
<b>Calcul</b>	Evaluer les résultats par moyen d'une courbe d'étalonnage.
<b>Limite de sensibilité</b>	1.0 mg/L SiO <sub>2</sub>
<b>Remarques</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ Les échantillons comportant une teneur en silice inférieure à 1 mg/L doivent être concentrés par évaporation, tandis que ceux comportant une teneur supérieure à 10 mg/L SiO<sub>2</sub> doivent être proportionnellement dilués.</li> </ul>
<b>Sources d'erreur</b>	<p>Toutes les deux méthodes sont susceptibles aux dérangements dûs à la présence des phosphates en quantités supérieures à 1 mg/L de phosphore. Les phosphates peuvent être éliminés selon la méthode suivante:</p> <p>Décomposer les échantillons et mélanger-les avec les réactifs selon "Méthode". Transférer la solution par moyen d'une pipette dans un entonnoir à séparation contenant 25 mL d'un mélange de benzène et d'alcool isopropylique en proportions 1:1. Secouer vigoureusement pendant 1 min; le complexe phosphatemolybdate passe dans la phase organique (la phase non-aqueuse). Attendre 10 min, afin que les phases se séparent, et analyser la phase aqueuse par colorimétrie, en n'oubliant pas de remplir d'abord la solution à 50 mL si la méthode 2 est employée.</p>
<b>Bibliographie</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▶ <i>Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung</i> 3. Auflage, Verlag Chemie GmbH, Weinheim</li> <li>▶ W. Fresenius, W. Schneider Fresenius, Z. Anal. Chem. <u>207</u>, 16 (1965)</li> <li>▶ W. Geilmann, G. Tölg Glastech. Ber. <u>33</u>, 245 (1960)</li> </ul>