

1997/A0/0323



ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE  
CHIMIE DE RENNES (FRANCE)

**INTRODUCTION A  
L'ANALYSE DU COMPLEXE  
 $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$**

**Décontamination de déchets et  
assainissement de sites**

**Groupe R&D**

**RAPPORT DE STAGE INGENIEUR**

**Mai - Août 1996**

**Benoît Petitfour**

**Elève ingénieur de seconde année à l'ENSCR**

**André Rahier**

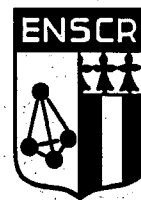
**Maître de stage**

**BLG-741**



STUDIECENTRUM VOOR KERNENERGIE  
CENTRE D'ÉTUDE DE L'ÉNERGIE NUCLÉAIRE

SCK/CEN  
Boeretang 200  
B-2400 MOL  
BELGIQUE



ENSCR  
Avenue du Général Leclerc  
35 700 RENNES  
FRANCE

## INTRODUCTION A L'ANALYSE DU COMPLEXE



RAPPORT DE STAGE INGENIEUR

Mai - Août 1997

Benoît Petitfour  
Elève Ingénieur de seconde année  
à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes

**Maître de stage:**  
**André Rahier**

# SOMMAIRE

## REMERCIEMENTS

<b>I - INTRODUCTION</b> .....	page 1
<b>II -GENERALITES SUR LE COMPLEXE <math>\text{Ag}(\text{NO}_3)^+</math></b> .....	page 2
<b>III -PRODUCTION ET UTILISATION DU COMPLEXE <math>\text{Ag}(\text{NO}_3)^+</math></b> .....	page 2
<b>IV - METHODES ANALYTIQUES ENVISAGEES</b>	
<b>IV - 1) Titrage potentiométrique</b> .....	page 4
<b>IV - 2) Spectrophotométrie d'absorption U.V. VISIBLE</b> .....	page 4
<b>V - EXPERIMENTATIONS</b>	
<b>V - 1) Méthode expérimentale</b>	
V - 1 - a) Appareillage utilisé .....	page 5
V - 1 - b) Conditions expérimentales .....	page 6
<b>V - 2) Résultats</b> .....	page 6
<b>V - 3) Influence des différents paramètres sur la stabilité des solutions</b>	
V - 3 - a) Influence du matériau .....	page 7
V - 3 - b) Influence de la concentration en acide nitrique .....	page 8
V - 3 - c) Influence de la concentration en cérium .....	page 8
V - 3 - d) Influence de la lumière .....	page 9
<b>V - 4) Conclusion: protocole analytique</b> .....	page 10

**VI - SUITES A DONNER A L'ETUDE** ..... page 10

**VII - CONCLUSION** ..... page 11

**BIBLIOGRAPHIE** ..... page 12

**ANNEXES**

# REMERCIEMENTS

Je remercie le CEN/SCK pour m'avoir accepté au sein de son établissement à MOL.

Je tiens par ailleurs à exprimer ma reconnaissance à toutes les personnes qui m'ont aidé au cours de mon stage. Plus particulièrement, je remercie:

mon maître de stage **M. André RAHIER**, pour m'avoir guidé par ses conseils et ses remarques, tout au long de mon étude;

le responsable de l'administration des stages, **Melle Lutgarde MERTENS**, pour son accueil chaleureux lors de mon arrivée au centre,

**Melle Sieglinde CATTOIR** et le personnel du laboratoire, **MM. Frans SMAERS et Domien SMETS**, pour leur dévouement à mon égard.

Je remercie également le groupe **EuroCRIF BRETAGNE**, pour l'aide financière qu'il m'a accordée, afin de mener à bien mon stage en Belgique.

Je remercie enfin **Sylvie, Isabelle, Natali, Shao Ming, Sébastien, Jonas, Matthias, Martin**, ainsi que tous les autres, pour avoir fait de mon stage et de mon séjour en Belgique un souvenir inoubliable.

# I - INTRODUCTION

Le démantèlement d'installations nucléaires pose des problèmes cruciaux en termes de gestion des déchets produits. Dans le cadre du démantèlement du BR3, les seuls déchets métalliques représentent une masse de 900 tonnes, dont le stockage générerait une dépense de 700 millions de francs belges. Ce coût dépendant en grande partie du volume de déchets stockés, il importe de trouver des méthodes de décontamination des pièces métalliques, ce qui permettrait de les déclasser, et donc de diminuer les coûts de stockage. L'un des axes de recherche est une décontamination par voie chimique, qui consiste à oxyder les métaux contaminés. Cette attaque superficielle des métaux sera suffisante, la contamination s'étendant sur une épaisseur d'une dizaine de micromètres dans le métal.

Un procédé de décontamination au cérium a déjà été étudié [1]. La rentabilité de ce procédé efficace est cependant limitée par le coût du cérium. Il faut donc envisager l'application de ce procédé à une autre espèce oxydante, par exemple l'argent à l'état d'oxydation (II). Cette espèce est déjà utilisée comme agent décontaminant des matières organiques, telles que les résines, et certains solvants comme le TBP ou le méthanol. Les complexes d'argents (II) sont toutefois difficiles à analyser, du fait de leur instabilité en milieu aqueux.

La présente étude se propose de déterminer une méthode analytique fiable du complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$ .

## II - GENERALITES SUR LE COMPLEXE $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$

Le complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$  est un complexe de couleur brune, existant uniquement en milieu acide nitrique concentré ( $\text{HNO}_3$  6.2 M).

Il existe sur le marché un oxyde d'argent (II)  $\text{AgO}$ , mais sa pureté n'est pas analytique.

Il est également possible d'obtenir des complexes d'argent à l'état d'oxydation (II) en milieu acide perchlorique [2].

Oxydant puissant ( $E^\circ=1.98 \text{ V} / \text{ENH}$ ), l'ion  $\text{Ag}(\text{II})$  est réduit en quelques heures par l'eau en ion  $\text{Ag}(\text{I})$ .

La cinétique de cette réaction, étudiée par plusieurs auteurs [3], est relativement bien connue, bien que le schéma réactionnel demeure hypothétique [4].

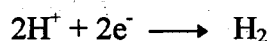
La capacité de l'ion argent (II) à oxyder aussi bien les métaux que les matières organiques [5], [6] font de ce composé un auxiliaire de choix dans la recherche de méthodes de décontamination de substances activées (pièces métalliques, solvants organiques).

## III - PRODUCTION ET UTILISATION DU COMPLEXE

### $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$

Le complexe peut être produit électrolytiquement à partir de nitrate d'argent dans une cellule électrolytique à membrane cationique sélective au proton (membrane de type NAFION).

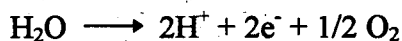
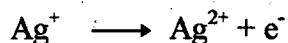
Dans le compartiment cathodique, il y a réduction du proton lorsqu'on utilise de l'acide sulfurique:



Aux risques d'explosions viennent alors s'ajouter les risques de colmatage de la membrane, par précipitation de sulfate d'argent au cas où des traces d'argent viendraient à traverser la membrane.

L'utilisation de l'acide nitrique dans le compartiment cathodique conduirait à la réduction des nitrates en  $\text{NO}_x$ . Il y aurait donc risque de corrosion de l'installation.

Dans le compartiment anodique, l'oxydation de l'ion  $\text{Ag}^+$  est en compétition avec l'oxydation de l'eau:



Une fois produit dans le compartiment anodique, le complexe peut être utilisé directement pour la décontamination superficielle des pièces métalliques.

Le schéma de l'installation est présenté ci-dessous:

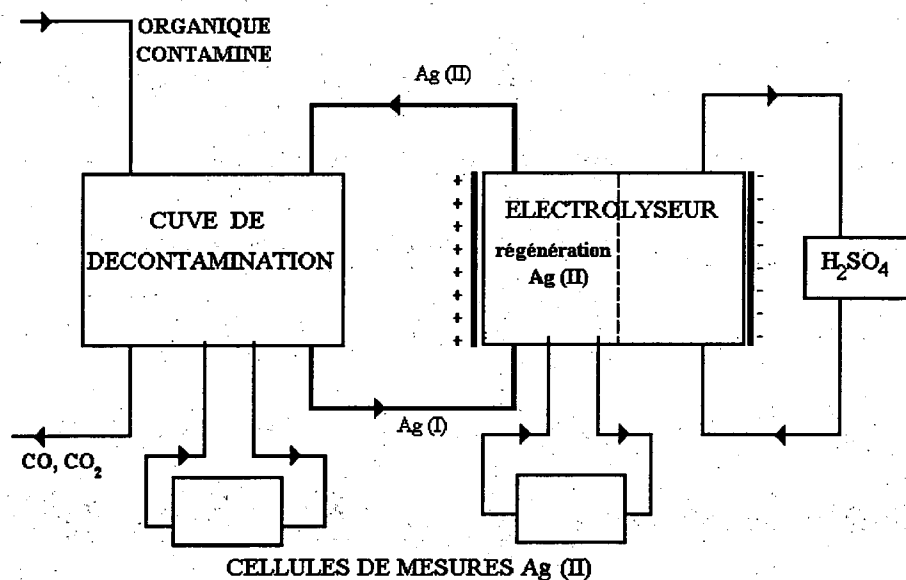


Figure 1 - Schéma de l'installation de décontamination par  $\text{Ag(II)}$



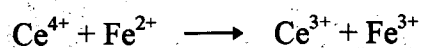
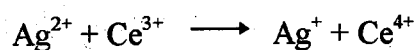
## IV - METHODES ANALYTIQUES ENVISAGEES

### IV - 1) Titration potentiométrique

L'ion  $\text{Ag}^{2+}$  étant un oxydant fort, il est possible de déterminer sa concentration en solution par une méthode potentiométrique, mettant en jeu l'ion  $\text{Fe}^{2+}$  :



Des dosages indirects sont également décrits dans la littérature [3]. Il s'agit d'un titrage en retour de l'ion cérium (IV). L'ion argent (II) est mis en présence de cérium (III), qui est oxydé en cérium (IV); celui-ci est alors titré par oxydation de l'ion Fer (II):



Ces méthodes permettent d'accéder à des concentrations de l'ordre de  $10^{-1}$  à  $10^{-3}$  mol/l en Ag (II).

Une autre méthode d'analyse doit être mise au point pour déterminer des concentrations inférieures.

### IV - 2) Spectrophotométrie d'absorption U.V.- VISIBLE

Le complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$  étant coloré brun, il est possible d'envisager une détermination par spectrophotométrie d'absorption U.V.-Visible [7]. Cette méthode sera retenue pour les expérimentations à venir, car elle permettra ultérieurement des mesures *in situ*.

Un problème persiste cependant: l'oxyde d'argent (II) disponible dans le commerce n'est pas un produit pur; il est en fait constitué d'un mélange d'oxyde d'argent (I)  $\text{Ag}_2\text{O}$  et d'oxyde d'argent (II)  $\text{AgO}$ . Il n'est donc pas possible de préparer des solutions d'étalonnage par simple dissolution de l'oxyde dans l'acide nitrique. Là aussi, il est nécessaire d'avoir recours à une méthode de titrage indirect [8]. La méthode retenue fait appel à l'ion cérium (IV). L'ion argent (II) est réduit en présence de  $\text{Ce}^{3+}$ , et la concentration en ions  $\text{Ce}^{4+}$  est déterminée par

spectrophotométrie d'absorption U.V. Cette méthode nécessite au préalable un étalonnage de l'appareil pour la mesure de la concentration en cérium (IV).

## V - EXPERIMENTATION

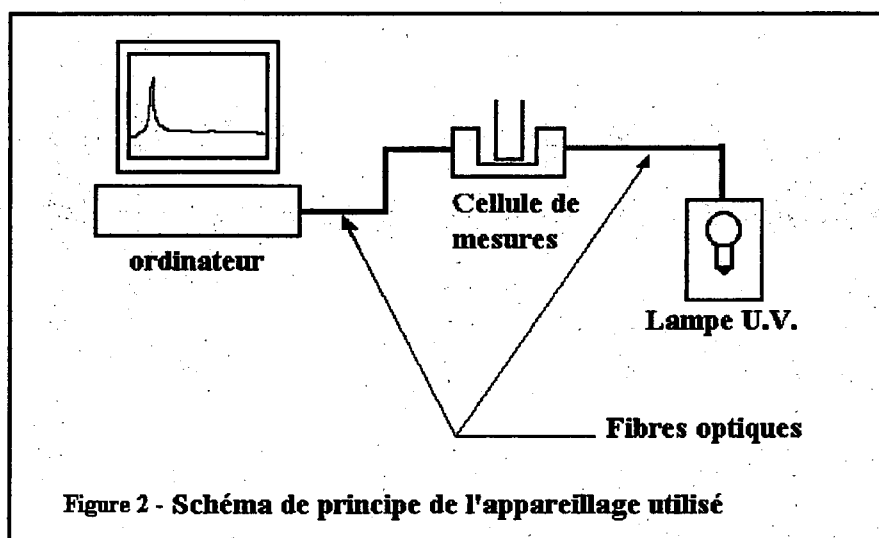
L'expérience a consisté à établir la courbe d'étalonnage du spectrophotomètre U.V. pour le dosage de l'ion  $Ce^{4+}$ , ce dosage constituant la première partie de l'analyse de l'ion  $Ag^{2+}$ .

### V - 1) Méthode expérimentale

#### V - 1 - a) Appareillage utilisé

Le spectrophotomètre utilisé est d'un type particulier.

Conçu par la firme **Ocean Optics Inc.**, il se présente sous la forme de cartes électroniques insérables dans l'unité centrale d'un ordinateur. La partie visible de l'appareil est ainsi constituée d'un ordinateur, d'une cellule de mesure et d'une lampe U.V. L'interface ordinateur - cellule de mesure est réalisée par l'intermédiaire de fibres optiques. L'interface ordinateur - utilisateur est réalisée par l'intermédiaire d'un logiciel d'acquisition et de traitement de données spectroscopiques, livré avec l'appareil.



### V - 1 - b) Conditions expérimentales

L'ion Ce (IV) est placé en solution dans l'acide nitrique concentré, de manière à se placer dans les conditions les plus proches possibles de l'analyse du complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$ . Des solutions standards sont réalisées à partir d'une solution mère de sulfate de cérium (IV)  $\text{Ce}_2\text{SO}_4$ , de concentration 0.1 g/l en ion  $\text{Ce}^{4+}$ . La dilution est effectuée dans l'acide nitrique concentré, de concentration 6.17 M. Les solutions sont analysées à l'aide du spectrophotomètre U.V.

La littérature précise une longueur d'onde d'étude de 350 à 355 nm [8]. Expérimentalement, les pics ont été observés à une longueur d'onde plus faible, entre 340 et 350 nm.

Des exemples de spectres obtenus sont fournis en annexe n°1.

Des premières expériences réalisées, il est ressorti une instabilité notoire de la solution mère au cérium dans l'acide nitrique, bien que ce problème n'ait jamais été rencontré avec des solutions de sulfate de cérium (IV) dans l'acide sulfurique.

Une hypothèse a été formulée pour expliquer ces observations: la réduction des ions cérium par l'eau serait plus rapide en milieu acides nitrique et perchlorique concentrés [9].

Cette observation a conduit à la recherche des conditions optimales de conservation de la solution mère.

Différentes conditions expérimentales ont été étudiées, suivant les concentrations en acide nitrique et en cérium, le matériau du récipient contenant la solution, la conservation de la solution à la lumière ou à l'obscurité.

### V - 2) **Résultats**

Le tableau ci-dessous résume l'ensemble des résultats obtenus, pour les différentes conditions expérimentales étudiées.

Expérience	[HNO <sub>3</sub> ] (M)	[Ce <sup>4+</sup> ] (mg/l)	Matériau	Lumière	Analyses reproductibles
Exp. 1	6.1	0.1	verre	oui	non
Exp. 2	6.1	0.1	verre / PTFE	oui	non
Exp. 3	6.1	10	verre	oui	non
Exp. 4	1	10	verre	oui	non
Exp. 5	1	10	verre	non	oui

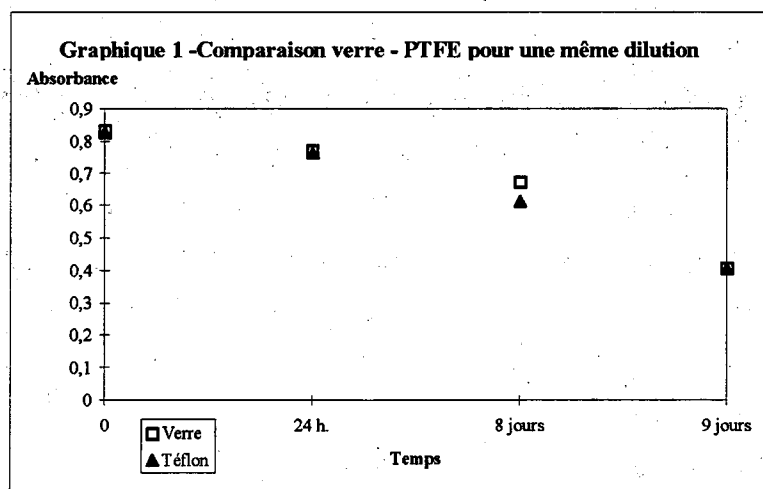
**Tableau 1 - Résultats obtenus**

### V - 3) Influence des différents paramètres sur la stabilité des solutions mères

#### V - 3 - a) Influence du matériau

Il est possible que pour une faible concentration en cérium de la solution mère, l'on puisse observer des interactions cérium-verre entre la solution et la fiole qui la contient.

Afin de vérifier cette hypothèse, deux échantillons d'une même solution mère au cérium ont été conservés, l'un dans une fiole de verre, l'autre dans un récipient en polytétrafluoroéthylène (PTFE). Les résultats des analyses sont présentés dans le graphique ci-dessous:



Les dernières observations ont révélé une décoloration complète de la solution conservée dans le PTFE, tandis que la solution conservée dans le verre était toujours colorée.

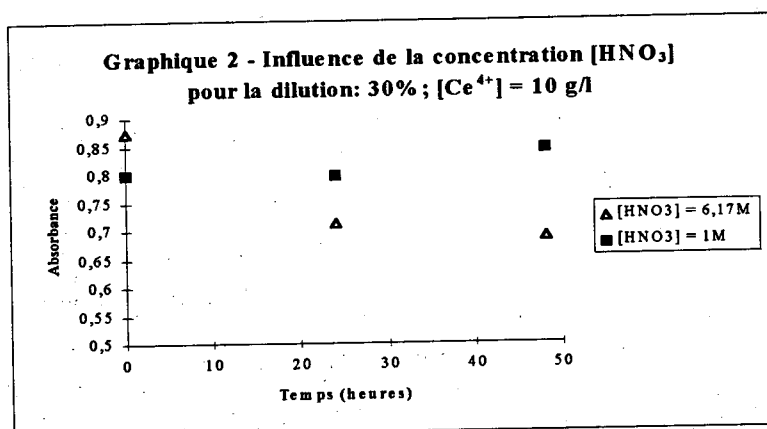
### Interprétation:

La solution mère au cérium vieillit plus vite dans le PTFE que dans le verre; ceci peut s'expliquer par oxydation du téflon par le cérium, en milieu acide nitrique concentré.

### V - 3 - b) Influence de la concentration en acide nitrique

Des essais ont porté sur deux solutions mères au cérium, dans des concentrations d'acides nitriques différentes: l'une en milieu  $\text{HNO}_3$  6.17 M, l'autre en milieu  $\text{HNO}_3$  1 M.

Les résultats sont rapportés dans le graphique:



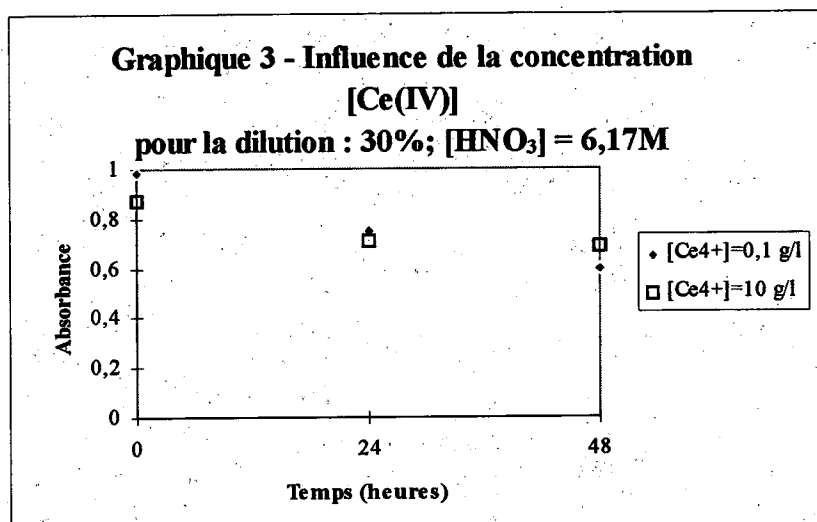
### Interprétation:

Les analyses ne sont pas reproductibles au fur et à mesure du vieillissement des solutions.

La solution est d'autant plus stable que la concentration en acide nitrique est faible. Les mécanismes mis en jeu sont probablement fonction de l'activité du proton, et/ou de l'activité des ions nitrates.

### V - 3 - c) Influence de la concentration en cérium

Des essais ont porté sur deux solutions mères au cérium, de concentrations différentes en cérium (0.1 g/l et 10 g/l). Les résultats sont illustrés par le graphique ci-dessous:



**Interprétation:**

Les résultats se sont révélés plus reproductibles pour la solution la plus concentrée en cérium.

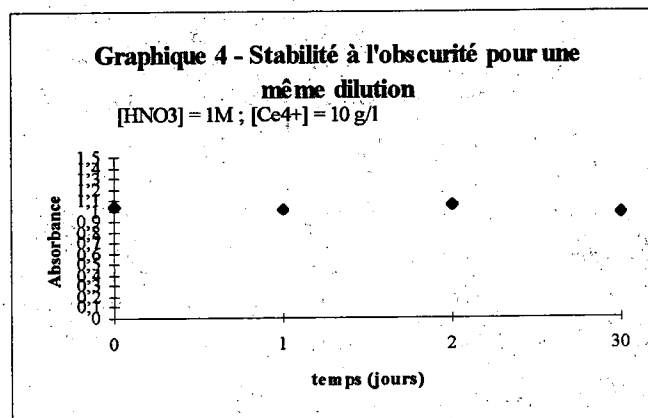
La solution mère est d'autant plus stable que sa concentration en cérium est élevée. Pour des solutions très diluées (solutions d' étalonnage), il a même été observé une décoloration complète de la solution au bout de 24 heures.

**V - 3 - d) Influence de la lumière**

Des essais ont été réalisés avec une solution mère au cérium conservée à l'abri de la lumière.

Les analyses se sont révélées reproductibles au cours du vieillissement progressif de la solution.

Les résultats des analyses au bout de quatre semaines ont été trouvés identiques à ceux déterminés sur une solution fraîche.



### **Interprétation:**

La solution mère de cérium est stable lorsqu'elle est conservée à l'obscurité; les réactions mises en jeu, et permettant d'expliquer l'instabilité des solutions font probablement appel à un processus photochimique, avec production de radicaux libres.

### **V - 4) Conclusion: protocole analytique**

Il nous est maintenant possible de proposer un protocole analytique pour la détermination de la concentration en argent (II) par spectrophotométrie U.V. Nous savons que les solutions de cérium (IV) doivent être conservées à l'obscurité. Nous savons également que la concentration en cérium de la solution mère doit être suffisamment élevée, et que la concentration de l'acide nitrique utilisé pour la dilution doit être suffisamment faible, tout en restant suffisante pour permettre la dissolution du sulfate de cérium (IV).

Le protocole analytique complet, indiquant également la méthode envisagée pour l'analyse ultérieure du complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$ , est fourni en annexe n°2.

## **VI - SUITES A DONNER A L'ETUDE**

Seule la première partie du protocole analytique a été testé en laboratoire. Il faudra envisager ultérieurement la vérification de la validité de l'analyse du complexe argent (II). Notamment, il sera utile de préciser les conditions optimales de préparation, de conservation de la solution de sulfate de cérium (III), utilisée pour réduire l'argent (II) en argent (I).

Il faudra également réfléchir à la conception de l'électrolyseur produisant le complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$ .

Un projet de cellule, utilisable comme compartiment cathodique, a été élaboré. Ce compartiment pourra être totalement immergé dans le compartiment anodique. Un orifice permet la mise en place de l'électrode et d'un agitateur éventuel, ainsi que la prise d'échantillon.

Le plan de cette cellule est fourni en annexe n°3. Le matériau choisi est le PTFE; des essais en laboratoires ont montré une bonne tenue de ce matériau aux conditions opératoires pendant plusieurs jours. Toutefois, des problèmes sont susceptibles de survenir à long terme, étant donnés les résultats obtenus lors des expériences précédentes: la tenue du PTFE au

cérium n'est pas parfaite, et le cérium (IV) est un oxydant plus faible que le complexe argent (II).

## VII - CONCLUSION

La détermination de la concentration du complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$  a soulevé des problèmes insoupçonnés. Cette espèce chimique instable en milieux aqueux ne peut être analysée qu'en faisant appel à des méthodes indirectes, de mise en place difficile.

Néanmoins, le problème analytique posé a été partiellement résolu. Des réponses ont été apportées à la question de la stabilité des solutions de sulfate de cérium (IV) en milieu acide nitrique concentré. Reste cependant à mettre en oeuvre l'analyse complète du complexe étudié, et, au-delà de l'analyse, son utilisation judicieuse dans les procédés de décontamination de pièces métalliques.



## BIBLIOGRAPHIE

- [1] PONNET, Matthieu, Régénération Electrolytique du Cérium dans le Procédé de Décontamination des Pièces Métalliques, Rapport de stage, mai-août 1995;
- [2] FLEISCHMANN, M., PLETCHER, D., RAFINSKY, A., The Kinetics of the silver (I)/silver (II) couple at a platinum electrode in perchloric and nitric acids, Journal of Applied Electrochemistry 1, 1-7 (1967);
- [3] PO, Henry N., SWINEHEART, James H., ALLEN, Thomas L., The Kinetics And Mechanism of the Oxydation of Water by Silver(II) in Concentrated Nitric Acid Solution, Inorganic Chemistry 244-249 (1967);
- [4] STEELE, D. F., Electrochemistry and Waste Disposal, Chemistry in Britain, 915-918 (1991 October);
- [5] STEELE, D. F., Electrochemical Destruction of Toxic Organic industrial Waste, Platinum Metals Review, 34, 1, 10-14 (1990);
- [6] STEELE, D. F., RICHARDSON, D., CAMPBELL, J. D., CRAIG, D. R., QUINN, J. D., The Low-Temperature Destruction of Organic Waste by Electrochemical Oxydation, Trans IChemE, 68, 115-121 (1990);
- [7] KIRWIN, J. B., PEAT, F. D., PROLL, P. J., SUTCLIFFE, L. H., A Kinetic and Spectrophotometric Examination Of Silver(II) in Perchlorate Media, Journal Of Physical Chemistry, 67, 1617-1621 (1963);
- [8] DUNDON, Robert W., GRYDER, John W., The Kinetics of the Silver(II)-Thalium(I) Reaction in Nitric Acid, Inorganic Chemistry, 986-989 (1965);
- [9] HARGREAVES, G., SUTCLIFFE, L. H., The Oxydation of Aqueous Formaldehyde by ceric Ions, Trans. Faraday Society, 51, 1105-1111 (1955);

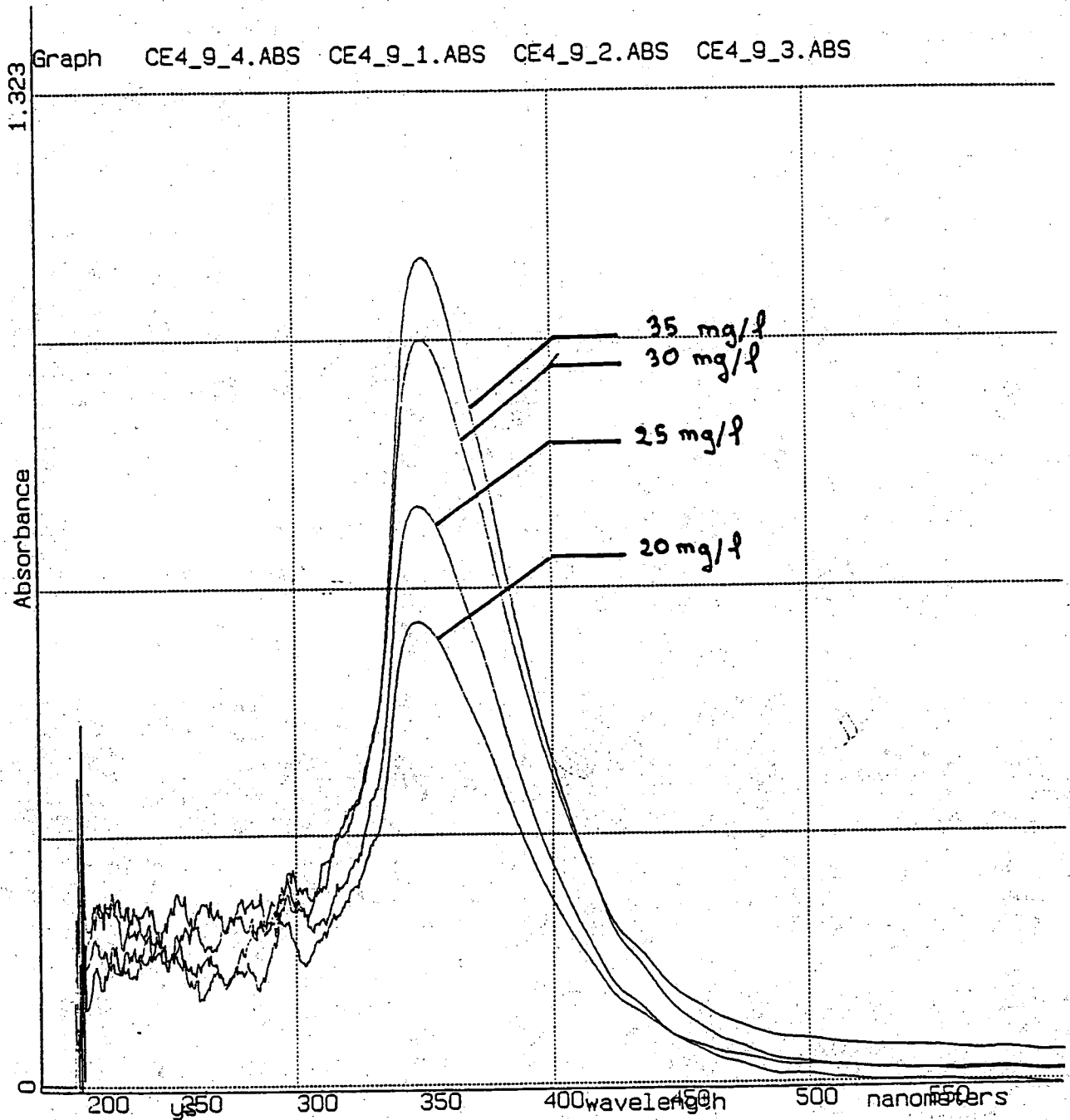
# **ANNEXES**

# ANNEXE N° 1

## ANALYSE DE L'ION Ce (IV) DANS HNO<sub>3</sub> 6.17 M

### Exemples de spectres U.V. obtenus

40. kt



## ANNEXE N° 2

# ANALYSE DE L'ION Ag (II) PAR SPECTROMETRIE D'ABSORPTION U.V. - VISIBLE

## I - PRINCIPE

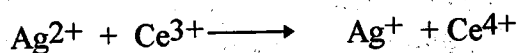
L'ion argent (II), instable en milieu aqueux, est stabilisé en milieu acide nitrique concentré par la formation du complexe  $\text{Ag}(\text{NO}_3)^+$ , noté pour simplifier  $\text{Ag}^{2+}$ . Ce complexe coloré présente un pic d'absorption, en spectrométrie U.V - VISIBLE, à la longueur d'onde 390 nm.

Pour ce pic d'absorption, la densité optique suit la loi de Beer-Lambert. La mesure de cette densité optique conduit donc à la valeur de la concentration en ion  $\text{Ag}^{2+}$ .

## II - ETALONNAGE DE L'APPAREIL

### II - 1 - Principe de l'étalonnage

L'oxyde d'argent (II)  $\text{AgO}$  est en fait constitué d'un mélange de sels d'Ag (I) et d'Ag (II): il ne peut être employé pour étalonner l'appareil. On utilise donc la réaction de l'ion  $\text{Ag}^{2+}$  en présence d'un excès d'ions  $\text{Ce}^{3+}$ :



La mesure de la concentration  $[\text{Ce}^{4+}]$  fournit la valeur de la concentration  $[\text{Ag}^{2+}]$ . Cette mesure sera effectuée par spectrométrie d'absorption U.V. - VISIBLE, à la longueur d'onde 390 nm. Elle nécessite donc au préalable un étalonnage de l'appareil pour la mesure de la concentration en Ce (IV).

## II - 2 - Réactifs nécessaires

- Acide nitrique concentré 65 % (1)
- Sulfate de Cérium (IV) anhydre  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  ( $M = 332.2432 \text{ g/mol}$ ) (2)
- Sulfate de Cérium (III) anhydre  $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$  ( $M = 568.4248 \text{ g/mol}$ ) (3)

## II - 3 - Mode opératoire

### II - 3 - a - Solution d'acide nitrique 6.17 M

Verser 425.7 ml d'acide nitrique concentré (1) dans une fiole jaugée de 1 l à demi-remplie d'eau ultra-pure. Compléter au trait de jauge avec de l'eau ultra-pure. On obtient une solution d'acide nitrique 6.17 M (4).

### II - 3 - b - Solution d'acide nitrique 1 N

Verser 17.25 ml d'acide nitrique concentré (1) dans une fiole jaugée de 250 ml à demi-remplie d'eau ultra-pure. compléter au trait de jauge avec de l'eau ultra-pure. On obtient une solution d'acide nitrique 1 N (5).

### II - 3 - c - Solution mère de Ce (III) 0.1 g/l

Peser avec précision 0.1014 g de sulfate de cérium (III) anhydre (3). Placer le sel dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec la solution d'acide nitrique 6.17 M (4). On obtient une solution mère de sulfate de cérium (III) de concentration 0.1 g/l en cérium (6).

### II - 3 - d - Solution mère de Ce (IV) 10 g/l

Peser avec précision 2.37 g de sulfate de cérium (IV) (2). Placer le sel dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec la solution d'acide nitrique 1 N (5). On obtient une solution mère de sulfate de cérium (IV) de concentration 10 g/l en cérium (7).

☞ **CONSERVER CETTE SOLUTION A L'ABRI DE LA LUMIERE**

### II - 3 - e - Solutions étalons de Ce (IV)

Dans une fiole jaugée de 50 ml, diluer cent fois la solution de sulfate de cérium (IV) 10g/l (7) dans la solution d'acide nitrique 6.17 M (4). On obtient une solution au sulfate de cérium de concentration 0.1 g/l en cérium (8).

Dans des fioles jaugées de 25 ml, placer un volume croissant de cette solution (8), puis compléter au trait de jauge par la solution d'acide nitrique 6.17 M (4). Le tableau suivant fournit les concentrations des solutions étalons obtenues en fonction du volume de solution mère utilisé.

<i>V (ml)</i>	3.75	5	6.25	7.5	8.75	10
<i>C (mg/l)</i>	15	20	25	30	35	40
<i>C (* 10<sup>4</sup> M)</i>	1.070	1.427	1.784	2.141	2.498	2.855

☞ **LES SOLUTIONS ETALON SONT A CONSERVER A L'OBSCURITE  
PENDANT TOUTE LA DUREE DE L'ANALYSE.**

☞ **LES MESURES DOIVENT ETRE REALISEES IMMEDIATEMENT.**

#### **II - 3 - f - Etalonnage de l'appareil pour Ce<sup>4+</sup>**

La solution de référence est la solution d'acide nitrique 6.17 M (4); l'essai à blanc est réalisé sur cette même solution.

Les solutions étalons, dans l'ordre croissant des concentrations sont analysées à la longueur d'onde 343.1 nm. Noter à chaque fois la densité optique correspondante.

La densité optique est une fonction linéaire de la concentration en cérium (IV).

#### **II - 3 - g - Etalonnage de l'appareil pour Ag<sup>2+</sup>**

L'analyse de la solution contenant l'argent (II) comporte deux étapes:

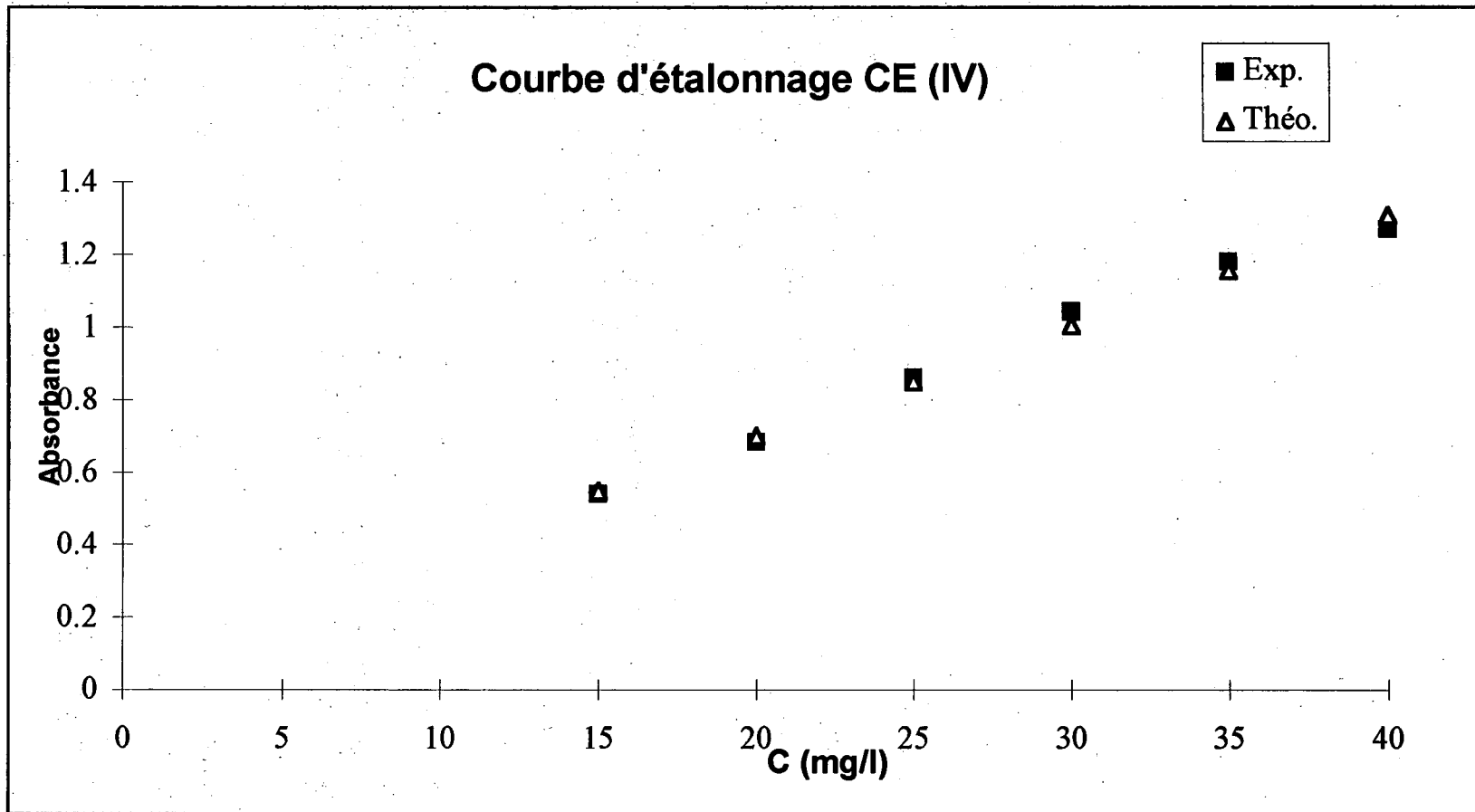
*1ère étape: lecture de la densité optique à 390 nm: pour chaque solution d'Ag (II), relever la valeur de la densité optique à 390 nm.*

*2ème étape: détermination de la concentration en Ag<sup>2+</sup>: Verser dans l'analyte 5 ml de la solution mère de Ce (III) (5), puis noter la densité optique observée à 343.1 nm. En déduire la concentration en Ce (IV), puis celle en Ag (II).*

La densité optique relevée à 390 nm est une fonction linéaire de la concentration en Ag (II).

### **III - ESSAIS**

La mesure de densité optique est effectuée à 390 nm. La solution de référence est la solution d'acide nitrique 6.17 M (4); l'essai à blanc sera réalisé sur cette même solution. Pour chaque essai, noter la valeur de la densité optique, et en déduire la valeur de la concentration en Ag (II).

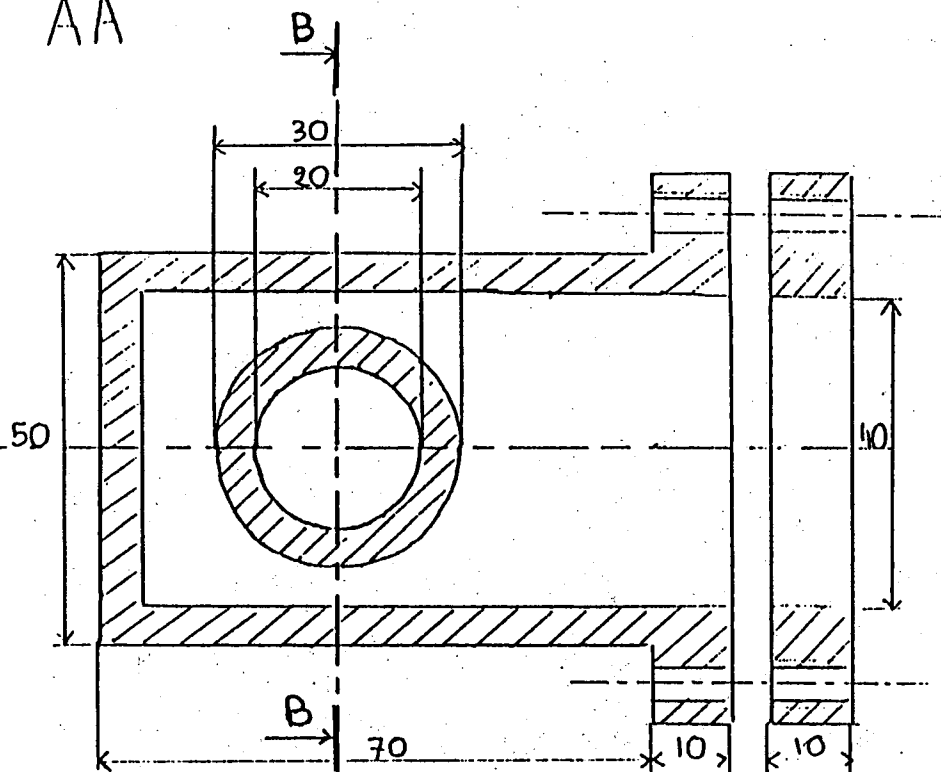
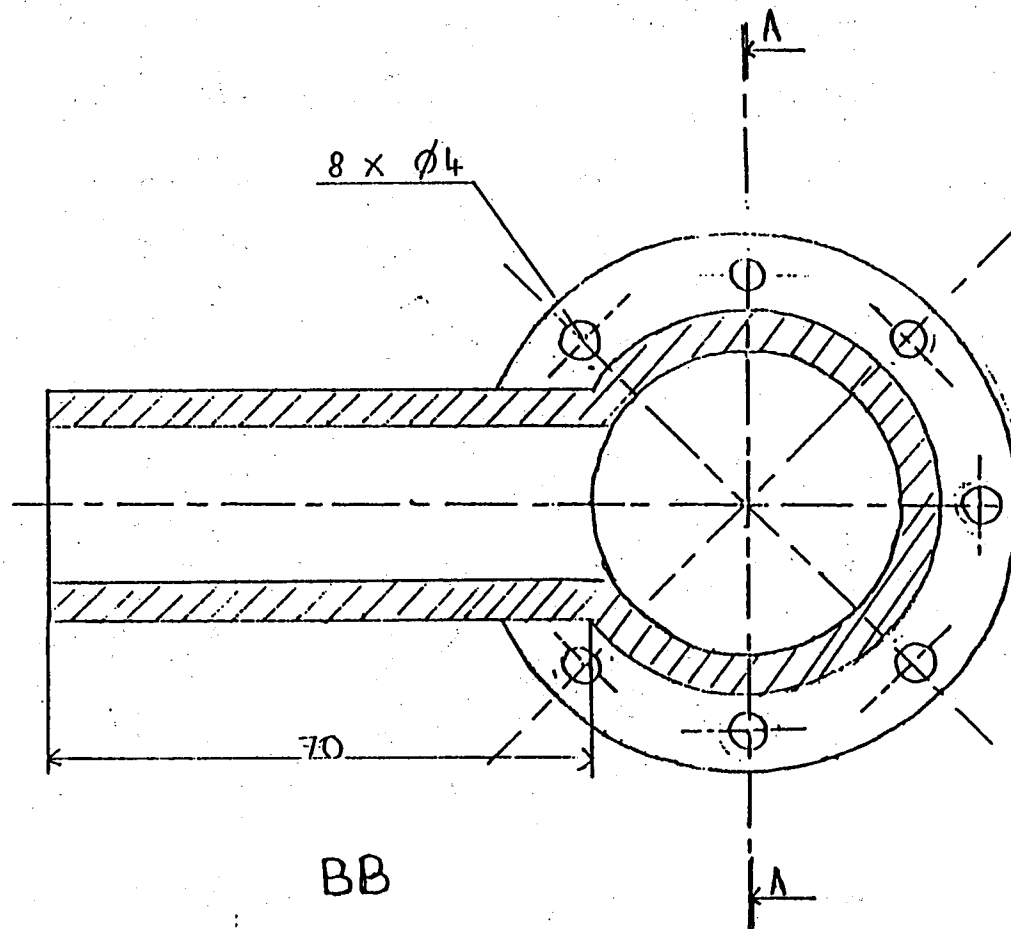


Lambda = 344.2 nm

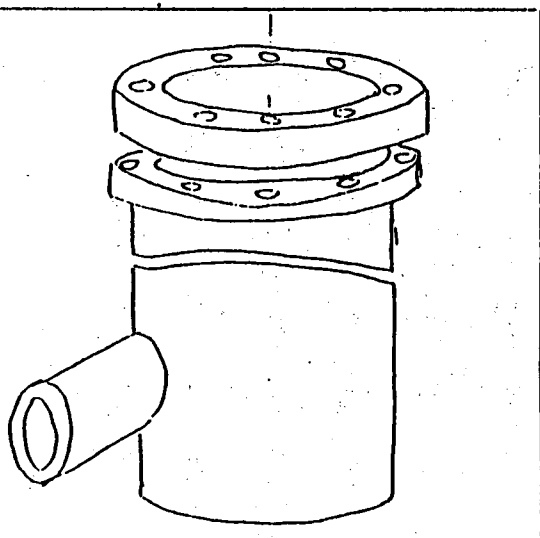
C (mg/l)	15	20	25	30	35	40
Absorbance	0.541	0.683	0.862	1.044	1.18	1.27



AA

8 x  $\phi 4$ 

BB



ANNEXE N° 3

PROJET CELLULE ARGENT

MATERIAU : TEFLON

ECHELLE : 1/1

12-08-96

CEN-SCV

Benoit Petitfour