

PRODUITS ORGANIQUES LIQUIDES - TENEUR EN PHOSPHORE (D'APRES SCHONIGER)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est établi par les Groupes PEUGEOT S.A. et RENAULT.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable des Services Normalisation de ces deux Groupes.

Il est conforme à l'accord intervenu entre ces Services en JUILLET 1982.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet d'évaluer la teneur en phosphore dans les produits organiques liquides, par exemple dans les lubrifiants et les liquides d'usinage.

Elle s'applique aux produits organiques solides, solubles en milieu organique.

2.PRINCIPE

Les composés phosphorés sont oxydés, lors de la combustion, en acide phosphorique, lui-même transformé en phosphomolybdate d'ammonium.

Ce dernier est réduit par le sulfate d'hydrazine en un complexe bleu, dosé par spectrophotocolorimétrie.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.APPAREILLAGE

3.1.1.FIOLE DE SCHÖNIGER

de capacité 300 ml avec son dispositif de combustion (voir annexe 1).

3.1.2.SPECTROPHOTOCOLORIMETRE ET SES ACCESSOIRES

3.1.3.PAPIER FILTRE

3.1.4.FIOLES JAUGEES

de 150 et 500 ml.

3.1.5.FIOLES ERLLENMEYER

de 250 ml.

3.1.6.EPROUVETTES

de 10 ml.

3.1.7.AGITATEUR EN VERRE

de diamètre 3 mm.

3.1.8.TUBE SOUPLE DE POLYCHLORURE DE VINYLE PLASTIFIE

de diamètre intérieur 6 mm.

Remarque :

Il est recommandé de prévoir une enveloppe de protection au niveau de la fiole (3.1.1).

3.2.REACTIFS

3.2.1.SOLUTION DE MOLYBDATE D'AMMONIUM

Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium, $\text{Mo}_7(\text{NH}_4)_6\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, dans une solution froide contenant 450 ml d'acide sulfurique concentré pour 1 litre d'eau. Compléter à 2 litres avec de l'eau distillée.

3.2.2.SOLUTION DE SULFATE D'HYDRAZINE

à 1,5 g par litre.

3.2.3.REACTIF AU MOLYBDATE ET SULFATE D'HYDRAZINE

Diluer 50 ml de la solution (3.2.1) dans 130 ml d'eau. Ajouter 20 ml de la solution (3.2.2) et bien mélanger.

Nota : Cette solution (3.2.3) ne doit pas être conservée au-delà de 30 minutes avant utilisation.

3.2.4.CARBONATE DE SODIUM PUR ET ANHYDRE

Na_2CO_3 .

3.2.5.ACIDE SULFURIQUE

à 10 %.

3.2.6.PHOSPHATE ACIDE MONOPOTASSIQUE PUR

(pour analyse) H_2KPO_4 .

3.2.7.OXYGENE PUR ET SEC

3.2.8.EAU DISTILLEE

4.ECHANTILLONNAGE

Bien homogénéiser l'échantillon avant de procéder au prélèvement. Dans le cas d'un produit organique solide, le dissoudre à une concentration connue X % (en masse) dans un solvant non volatil exempt de composés phosphorés.

5.MODE OPERATOIRE

5.1 Verser 10 ml de la solution d'acide sulfurique (3.2.5) à l'aide d'une éprouvette (3.1.6) dans la fiole à combustion (3.1.1).

5.2 Fixer sur le support en platine du bouchon de la fiole une petite capsule en cellulose contenant 5 mg au maximum de Na_2CO_3 (3.2.4), ou, éventuellement un petit morceau de papier filtre (3.1.3) contenant 5 mg au maximum de Na_2CO_3 (3.2.4) et roulé de façon qu'il puisse être glissé dans la spire du filament.

5.3 Tarer à 0,1 mg près le bouchon ainsi préparé ; soit m_1 la masse trouvée en gramme.

5.4 Faire tomber à l'aide de l'agitateur (3.1.7) une goutte d'échantillon à analyser sur le papier filtre (environ 10 à 40 mg).

5.5 Peser à nouveau l'ensemble bouchon support à 0,1 mg près ; soit m_2 la masse trouvée, en gramme.

5.6 Remplir la fiole d'oxygène (3.2.7) à l'aide du tube (3.1.8) en faisant passer un courant de gaz pendant 30 secondes environ.

5.7 Mettre en place le bouchon sur la fiole.

5.8 Incliner la fiole (et non la retourner) de telle façon que la solution fasse étanchéité avec le bouchon, en prenant soin que le carbonate de sodium ne tombe pas dans la solution.

5.9 Adapter les arrivées et sortie de courant sur les bornes d'alimentation ; s'assurer que le bouchon est bien enfoncé pour éviter des fuites lors de la surpression régnant pendant la combustion.

5.10 Faire passer le courant électrique en appliquant le voltage permettant de porter au rouge la résistance pendant quelques secondes, pour amorcer la combustion.

5.11 Attendre 30 secondes, puis agiter énergiquement pendant 2 à 3 minutes pour assurer un bon contact des produits de réaction formés.

5.12 Filtrer le liquide sur papier filtre (3.1.3) dans une fiole erlenmeyer de 250 ml (3.1.5) pour éliminer les insolubles éventuels obtenus dans la combustion. Rincer soigneusement bouchon et fiole à réaction avec environ 40 ml d'eau distillée (3.2.8).

5.13 Ajouter 50 ml de réactif au molybdate et sulfate d'hydrazine (3.2.3).

5.14 Porter rapidement la solution à ébullition pendant 2 à 3 minutes.

5.15 Laisser refroidir la solution à température ambiante.

5.16 Transvaser dans la fiole jaugée de 150 ml (3.1.4) et ajuster au trait de jauge avec l'eau distillée (3.2.8).

5.17 Mesurer l'absorption au spectrophotocolorimètre (3.1.2), suivant la méthode du témoin unique.

5.18 Se reporter à la courbe d'étalonnage correspondant à l'appareil et lire la teneur "a" en phosphore exprimée en g/ml.

Effectuer deux essais pour chaque échantillon à analyser.

Nota : Les mesures sont effectuées au spectrophotocolorimètre dans les conditions suivantes :

- longueur d'onde : 800 m,
- sensibilité : 0,
- cellule au Césium.