

**GRAISSES
DOSAGE DU BISULFURE DE MOLYBDENE
(ABSORPTION ATOMIQUE)**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant le dosage du bisulfure de molybdène dans les graisses.

Elle est applicable pour des teneurs comprises entre 0 et 5 % en masse de bisulfure de molybdène.

2.PRINCIPE

Le pourcentage de bisulfure de molybdène est calculé d'après le pourcentage de molybdène (cas où tout le molybdène provient exclusivement du bisulfure).

Après minéralisation de la graisse par l'acide nitrique et l'acide perchlorique, le molybdène est dosé par absorption atomique en phase aqueuse.

3.APPAREILLAGE

3.1.SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

3.2.BAIN DE SABLE THERMOSTATE

à 200 °C.

3.3.FIOLES JAUGEES

de 500 ml et 1000 ml.

3.4.ERLENMEYER

de 300 ml.

3.5.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.EAU DISTILLEE

4.2.ACIDE NITRIQUE

(HNO₃) d = 1,40.

4.3.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(HCl) d = 1,18.

4.4.ACIDE PERCHLORIQUE

(HClO₄) d = 1,67 à 70 %.

4.5.MOLYBDENE METALLIQUE

4.6.SOLUTION-MERE DE MOLYBDENE

à 1 g/l.

- Dissoudre 1 g de molybdène (4.4) par un mélange de 20 ml d'acide (4.3) et de 10 ml d'acide (4.2). Ajouter 20 ml d'eau (4.1) et attaquer sur le bain (3.2).
- Après mise en solution, transvaser dans une fiole de 1000 ml (3.3) et ajuster à 1 litre avec de l'eau (4.1) (1 ml de cette solution correspond à 1 mg de molybdène).

5.MODE OPERATOIRE

- Peser dans un erlenmeyer taré (3.4) environ 0,5 à 1 g de graisse à analyser à l'aide d'une tige de verre.
- Minéraliser par 30 ml d'acide (4.2) en allant à sec sur le bain de sable (3.2).
- Reprendre le résidu noir, après refroidissement, par 30 ml d'acide (4.4) et terminer l'attaque sur une plaque chauffante en évitant les projections.
- Evaporer à sec.
- Reprendre l'extrait sec par un mélange de 20 ml d'acide (4.3) et de 10 ml d'acide (4.2).
- Chauffer la solution obtenue sur le bain de sable (3.2) jusqu'à dissolution du précipité et transvaser la solution, après refroidissement, dans une fiole de 500 ml (3.3).

6.ETALONNAGE

Introduire successivement, dans une série de cinq fioles de 500 ml (3.3) : 0 (essai à blanc) - 1 - 3 - 5 et 10 ml de solution-mère (4.6) correspondant à 0 - 1 - 3 - 5 et 10 mg de molybdène.

- Ajouter dans chacune de ces fioles un mélange de 20 ml d'acide (4.3) et 10 ml d'acide (4.2).
- Compléter les volumes à 500 ml avec de l'eau (4.1).
Si la teneur de l'échantillon dépasse la valeur maximale de celle de l'étalon, diluer la solution à doser en respectant l'acidité de l'étalonnage.
- Etablir la courbe d'étalonnage, pourcentage de molybdène en fonction de l'absorption.

Nota : Les valeurs préconisées pour l'étalonnage sont données à titre indicatif et peuvent varier selon le pourcentage de bisulfure de molybdène recherché.

7.CONDITIONS D'ESSAI

Le dosage est effectué avec les conditions suivantes :

- lampe à cathode creuse au molybdène,
- longueur d'onde : 313,3 nm,
- flamme de protoxyde d'azote-acétylène.

8.EXPRESSION DES RESULTATS

Si x représente la quantité de molybdène en milligrammes trouvée dans la prise d'essai en se basant sur la courbe d'étalonnage, le pourcentage de molybdène en masse est exprimé par la relation suivante :

$$\% \text{ Mo (m / m)} = \frac{x \cdot 100}{\text{Prise d'essai}}$$

avec : prise d'essai en milligrammes.

Le pourcentage de bisulfure de molybdène en masse est donné par la relation suivante :

$$\% \text{ Mo S}_2 \text{ (m / m)} = \frac{160,06 \cdot (\% \text{ Mo})}{95,94}$$

avec : 160,06 = masse moléculaire de Mo S₂.
95,94 = masse atomique du Mo.

9.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :