

LUBRIFIANTS DETERMINATION GLOBALE DES DITHIOPHOSPHATES DE ZINC (TITRAGE POTENTIOMETRIQUE)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire un mode opératoire simple permettant de doser globalement et quantitativement les acides dithiophosphoriques et leurs sels, en particulier, les dialkyldithiophosphates de zinc dans les additifs concentrés et dans les lubrifiants neufs ou usagés, aussi bien en milieu non aqueux qu'en présence d'eau.

Les dérivés de l'acide phosphorique, les dithiocarbamates, les sulfures, les disulfures et les thiophènes n'interfèrent pas.

Le sulfure d'hydrogène et les thiols, ainsi que les chlorures doivent être éliminés avant le titrage, uniquement dans le cas où l'on recherche une plus grande précision.

2.PRINCIPE

L'échantillon est dissous dans le toluène.

Le titrage s'effectue en présence d'un mélange dissociant, par potentiométrie, avec une solution de nitrate d'argent, en utilisant de préférence une électrode de verre comme référence et une électrode argent/sulfure d'argent comme électrode indicatrice.

Le point final de la titration est indiqué par un saut de potentiel important.

Remarque :

D'autres électrodes, plus courantes, peuvent être utilisées et donnent des résultats satisfaisants (voir § 3.2).

3.APPAREILLAGE

3.1.ENSEMBLE DE TITRAGE POTENTIOMETRIQUE AUTOMATIQUE AVEC BURETTE A PISTON

de 5 ou 10 ml, équipé d'un agitateur magnétique.

Exemple :

Ensemble de titration METTLER comprenant un présélecteur du point d'équivalence DK11, un amplificateur de mesure DK10, une unité d'entraînement DV10, une burette à piston DV2 10, un enregistreur GA-13.

3.2.ELECTRODES

Différentes possibilités

- a - Référence : calomel : chlorure de potassium saturé en milieu aqueux ou chlorure de lithium-isopropanol saturé par Ag Cl
- Indicatrice : argent
- b - Référence : verre
- Indicatrice : argent/sulfure d'argent
- c - Electrode combinée argent/chlorure d'argent
- d - Electrode combinée argent/sulfure d'argent

Remarque :

Les meilleurs résultats sont obtenus avec une électrode indicatrice argent/sulfure d'argent.

3.3. VERRERIE COURANTE DE LABORATOIRE

- Fioles jaugées de 100 ml et de 1000 ml.
- Bêchers de 100 ml et de 250 ml forme haute.
- Flacons de verre inactinique (verre brun).
- Eprouvettes graduées de 100 ml.

4. PRODUITS UTILISES

4.1. TOLUENE

pour analyses.

4.2. ALCOOL ISOPROPYLIQUE

pour analyses.

4.3. EAU DESIONISEE

4.4. SOLUTION D'IODURE DE POTASSIUM 0,1 N

- Dissoudre 16,60 g de KI à 0,01 g près dans de l'eau désionisée et amener à 1 litre dans une fiole jaugée.

4.5. NITRATE D'ARGENT - SOLUTION ALCOOLIQUE STANDARD 0,1 N

- Dissoudre 17,00 g de Ag NO_3 avec 100 ml d'eau désionisée dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter par de l'alcool isopropylique.
- Conserver la solution dans un flacon en verre inactinique, à l'abri de la lumière.
- **Titrage de la solution** : dans un bécher haut de 250 ml, introduire 100 ml d'eau désionisée, 6 gouttes d'acide nitrique concentré ($d = 1,42$).
- Porter à l'ébullition pendant 5 minutes et ramener à la température ambiante.
- Introduire 2 ml de la solution d'iodure de potassium 0,1 N dans le bécher et titrer avec la solution de nitrate d'argent alcoolique.
- Déterminer la normalité exacte de la solution de nitrate d'argent.

4.6. NITRATE D'ARGENT - SOLUTION ALCOOLIQUE STANDARD 0,01 N

Préparée journallement par dilution exacte avec de l'alcool isopropylique à partir de la solution 0,1 N.

4.7. SOLVANT DE TITRATION

préparé de la manière suivante :

- 680 ml d'alcool isopropylique,
- 20 ml d'acide acétique glacial,
- 2,8 g d'acétate de sodium trihydraté ($\text{Na CH}_3 \text{ COO}, 3 \text{ H}_2 \text{ O}$) dissous dans 20 ml d'eau désionisée,
- 280 ml de toluène.

4.8. SOLUTION DE SULFURE DE SODIUM A 1 %

(si nécessaire, pour conditionner une électrode argent/sulfure d'argent, voir § 5.2).

- Dissoudre 1 g de Na_2S avec de l'eau désionisée dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à 100 ml.
- Utiliser toujours une solution fraîchement préparée.

5. CONDITIONNEMENT DES ELECTRODES

5.1. ELECTRODE DE VERRE

- Avant et après chaque titration, rincer avec de l'eau et essuyer l'électrode avec un tissu souple (par exemple Kleenex).