

GRAISSES CONTENANT DU BISULFURE DE MOLYBDENE - DOSAGE DU MOLYBDENE

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description de deux procédés permettant le dosage du molybdène dans les graisses contenant du bisulfure de molybdène.

Procédé A : dosage par voie chimique.

Procédé B : dosage par fluorescence X.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Séparation du sulfure de molybdène par agitation en milieu solvant.

Filtration puis minéralisation.

Le molybdène forme avec le thiocyanate un complexe coloré dont on mesure la densité optique.

2.2.APPAREILLAGE

2.2.1.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

2.2.2.ENSEMBLE "MILLIPORE" POUR FILTRATION SOUS VIDE

2.2.3.AGITATEUR MAGNETIQUE CHAUFFANT

2.2.4.ETUVE

2.2.5.SPECTROPHOTOMETRE

2.3.REACTIFS

Tous les réactifs cités ci-dessous doivent être de qualité pour analyse.

2.3.1.BUTANOL

2.3.2.XYLENE

2.3.3.ACIDE SULFURIQUE

2.3.4.ACIDE SULFURIQUE DILUE AU 1/5

2.3.5.ACIDE NITRIQUE

2.3.6.ACIDE PHOSPHORIQUE

2.3.7.ACIDE PERCHLORIQUE

2.3.8.ACIDE CHLORHYDRIQUE DILUE AU 1/2

2.3.9.FER PUR TYPE BCS

2.3.10.THIOCYANATE DE SODIUM

solution à 10 % dans l'eau.

2.3.11.CHLORURE STANNEUX

solution à 10 %. Peser 10 g, ajouter 10 ml d'HCl au 1/2 (2.3.8), chauffer doucement jusqu'à dissolution complète. Ajouter 50 ml d'eau à 70 °C, refroidir et compléter à 100 ml (cette préparation ne se conserve pas).

2.3.12.SOLUTION SPK

- H_2SO_4 (2.3.3) 150 ml.
- H_3PO_4 (2.3.6) 180 ml.
- Eau, quantité suffisante pour 1000 ml.

2.3.13.SOLUTION SPC

- H_2SO_4 (2.3.3) 185 ml.
- $HClO_4$ (2.3.7) 83 ml.
- Eau, quantité suffisante pour 1000 ml.

2.4.MODE OPERATOIRE

- Peser exactement environ 2 g de graisse que l'on étale sur les parois intérieures d'un erlenmeyer de 250 ml pour faciliter la dissolution.
- Ajouter 50 ml de xylène (2.3.2), 50 ml de butanol (2.3.1) et 100 ml d'eau distillée. Introduire un barreau aimanté. Placer l'erlenmeyer sur un agitateur magnétique chauffant. Maintenir le chauffage et une forte agitation pendant 30 minutes. Filtrer sous vide avec l'ensemble "MILLIPORE" sur filtre WHATMAN GF/C.
- Minéraliser le filtre par 10 ml d'acide sulfurique (2.3.3) et d'acide nitrique (2.3.5) versé goutte à goutte jusqu'à minéralisation totale.
- Après refroidissement, reprendre par HNO_3 (2.3.5). Filtrer sur filtre MILLIPORE de type BD. Laver avec HNO_3 et amener à un volume de 200 ml en fiole jaugée en complétant avec l'acide nitrique concentré. Soit A la solution concentrée.
- Colorimétrie. Dans un erlenmeyer de 200 ml, peser 0,5 g de fer pur (2.3.9). Attaquer les copeaux par 20 ml de solution SPK (2.3.12) et ajouter 5 ml de la solution A.
- Amener à fumées blanches et les maintenir 5 minutes à l'intérieur de l'erlenmeyer. Transvaser la solution refroidie dans une fiole jaugée de 50 ml et compléter au trait avec de l'eau distillée.
- Préparer deux béchers de 100 ml.