
NORME INTERNATIONALE **ISO** 2270



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Agents de surface — Dérivés polyéthoxylés — Dosage iodométrique des groupes oxyéthylène

Première édition — 1972-09-01

CDU 661.185 : 547.422

Réf. N° : ISO 2270-1972 (F)

Descripteurs : agent de surface, oxyde d'éthylène, analyse chimique, dosage, analyse volumétrique.

Prix basé sur 5 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2270 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

Elle fut approuvée en août 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suède
Autriche	Japon	Suisse
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Chili	Pologne	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Portugal	U.R.S.S.
Espagne	Roumanie	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Agents de surface — Dérivés polyéthoxylés — Dosage iodométrique des groupes oxyéthylène

1 OBJET

La présente Norme Internationale fixe une méthode de dosage des groupes oxyéthylène dans les dérivés polyéthoxylés.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable à l'analyse des dérivés polyéthoxylés

- des alcools gras primaires saturés;
- de l'alcool oléique;
- des acides gras saturés;
- des alkylphénols à chaîne droite ou ramifiée.

Elle est encore applicable en présence de dérivés non polyéthoxylés des alcools, acides gras et alkylphénols ci-dessus.

Elle ne peut être appliquée en présence

- de composés contenant du soufre ou de l'azote;
- de composés contenant de l'oxygène ou des halogènes sur deux carbones voisins, autres que ceux des groupes oxyéthylène, par exemple les composés contenant des groupes oxypropylène;
- d'aldéhydes ou d'acétals;
- de stérols et de leurs dérivés.

3 RÉFÉRENCES

ISO/R 383, *Assemblages coniques rodés interchangeables en verre.*

ISO/R 385, *Burettes.*

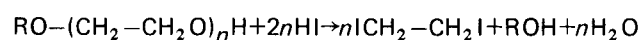
4 PRINCIPE

Hydrolyse des groupes oxyéthylène par l'acide iodhydrique naissant.

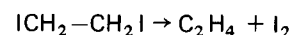
Libération de l'iode et titrage par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

5 RÉACTIONS

La réaction de base est la conversion de chaque groupe $(\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O})$ en diiodure d'éthylène $\text{ICH}_2-\text{CH}_2\text{I}$, selon



Puis, le diiodure d'éthylène instable se décompose à 200 °C suivant :



NOTE — Si R est un radical alkyle, ROH donnera RI. Quelques groupes éthylène (ou tous, dans le cas de l'alcool oléique) réagiront avec HI pour donner un iodure stable.

6 RÉACTIFS

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté au moins équivalente. Les réactifs doivent répondre aux caractéristiques suivantes :

6.1 Azote ou dioxyde de carbone.

6.2 **Iodure de potassium** cristallisé, de pureté égale à 99,5 % au minimum.

6.3 **Acide phosphorique**, $\rho_{20} = 1,70$ g/ml environ.

6.4 **Méthanol**, $\rho_{20} = 0,79$ g/ml.

6.5 **Iodure de potassium**, solution à 100 g/l.

6.6 **Thiosulfate de sodium** ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), solution titrée 0,1 N.

6.7 **Solution d'amidon.**

Mélanger 5 g d'amidon et 10 g d'iodure mercurieux avec 30 ml d'eau; transvaser ce mélange dans 1 l d'eau bouillante, et faire bouillir 3 min.

7 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment (voir Figures 1 et 2) :

7.1 **Ballon à fond rond** de 50 ml, avec un col central muni d'un assemblage conique rodé 19/26, et un col latéral muni d'un assemblage conique rodé 14/23. Les assemblages coniques rodés doivent être conformes à ISO/R 383.

7.2 Tube d'entrée d'air, avec un assemblage conique rodé 14/23 se terminant par un capillaire d'au moins 20 mm de longueur et de 1,5 mm de diamètre intérieur, et aboutissant à 10 mm du fond du ballon (7.1).

7.3 Réfrigérant (longueur utile 200 à 500 mm), dont l'extrémité inférieure est munie d'un assemblage conique rodé mâle 19/26, et dont l'extrémité supérieure, qui est inclinée suivant un angle de 45°, est munie d'un assemblage conique rodé femelle 14/23 (voir Figure 1). Les assemblages coniques rodés doivent être conformes à ISO/R 383.

7.4 Barboteur, de 7 à 10 ml (voir Figure 1).

7.5 Baguette d'ébullition (voir Figure 1), constituée par une baguette en verre plein avec, à l'une des extrémités, un cône évasé.

7.6 Bain d'huile, thermostaté, susceptible d'être maintenu à une température de 165 ± 1 °C;

7.7 Débitmètre, pouvant indiquer des débits d'environ 0,5 ml/s.

7.8 Burette, de 50 ml, classe A, conforme à ISO/R 385.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, dans la baguette d'ébullition (7.5) :

- 60 à 300 mg d'échantillon, lorsque le produit contient moins de 33 % (m/m) d'oxyde d'éthylène;
- une quantité d'échantillon telle qu'elle contienne 20 à 100 mg d'oxyde d'éthylène, lorsque le produit contient plus de 33 % (m/m) d'oxyde d'éthylène.

8.2 Dosage

Recouvrir la baguette d'ébullition, contenant la prise d'essai (voir 8.1), avec le ballon (7.1), puis retourner ce dernier en laissant glisser la baguette de manière que sa partie creuse se trouve au fond du ballon.

Ajouter 3 g d'iodure de potassium (6.2).

Fixer le tube d'entrée d'air (7.2) et le réfrigérant (7.3), en employant un peu d'acide phosphorique (6.3) comme lubrifiant.

Purger le ballon au moyen d'un courant d'azote ou de dioxyde de carbone (6.1) ayant un débit supérieur à 0,5 millilitre par seconde, durant au moins 20 min.

Placer le ballon dans le bain d'huile (7.6) maintenu à une température de 165 ± 1 °C, sans interrompre le courant gazeux, et en laissant en place le réfrigérant. Puis, réduire le débit du courant gazeux pour l'amener entre 0,1 et 0,5 ml/s. Ajouter 5 ml d'acide phosphorique (6.3) à travers le réfrigérant. Remplir le barboteur (7.4) avec une quantité

convenable (7 à 10 ml) de solution d'iodure de potassium (6.5), et le fixer au réfrigérant.

Poursuivre la réaction durant 30 min, en s'assurant que pendant les dernières 20 min, le bain d'huile ne se trouve pas à une température supérieure à celle spécifiée.

Puis, sortir le ballon sans interrompre le courant gazeux, et laisser refroidir jusqu'à une température inférieure à 80 °C.

Arrêter le courant d'azote ou de dioxyde de carbone.

Tourner rapidement le barboteur autour de l'axe du rodage, pour permettre à son contenu de traverser le réfrigérant, et récupérer ainsi le liquide dans le ballon. Remettre le barboteur dans sa position initiale, et répéter le lavage avec à nouveau un volume de 7 à 10 ml de solution d'iodure de potassium (6.5). Enfin, retirer le barboteur, rincer le réfrigérant et son extrémité inférieure avec quelques millilitres de solution d'iodure de potassium (6.5), recueillir les solutions de rinçage dans le ballon et retirer le réfrigérant.

De même, rincer et retirer le tube d'entrée d'air.

Transvaser le contenu du ballon dans une fiole conique de 250 ml, rincer avec de l'eau et quelques millilitres de solution d'iodure de potassium (6.5). Si un résidu peu soluble subsiste, le dissoudre avec quelques millilitres de méthanol (6.4).

Titrer, avec une solution de thiosulfate de sodium 0,1 N (6.6), et ajouter de la solution d'amidon (6.7), comme indicateur quand la couleur donnée par l'iode a presque disparu.

8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire que celui décrit en 8.2.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Mode de calcul

La teneur, en pourcentage en masse, d'oxyde d'éthylène est égale à

$$\frac{(V_1 - V_0) \times T \times 2,2}{m}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'échantillon;

T est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

9.2 Répétabilité

La différence maximale trouvée entre les résultats de deux dosages effectués simultanément sur le même produit par le même analyste utilisant le même appareillage, ne doit pas dépasser 1,5 % de la valeur moyenne, pour des dérivés contenant plus de 10 % d'oxyde d'éthylène.

9.3 Reproductibilité

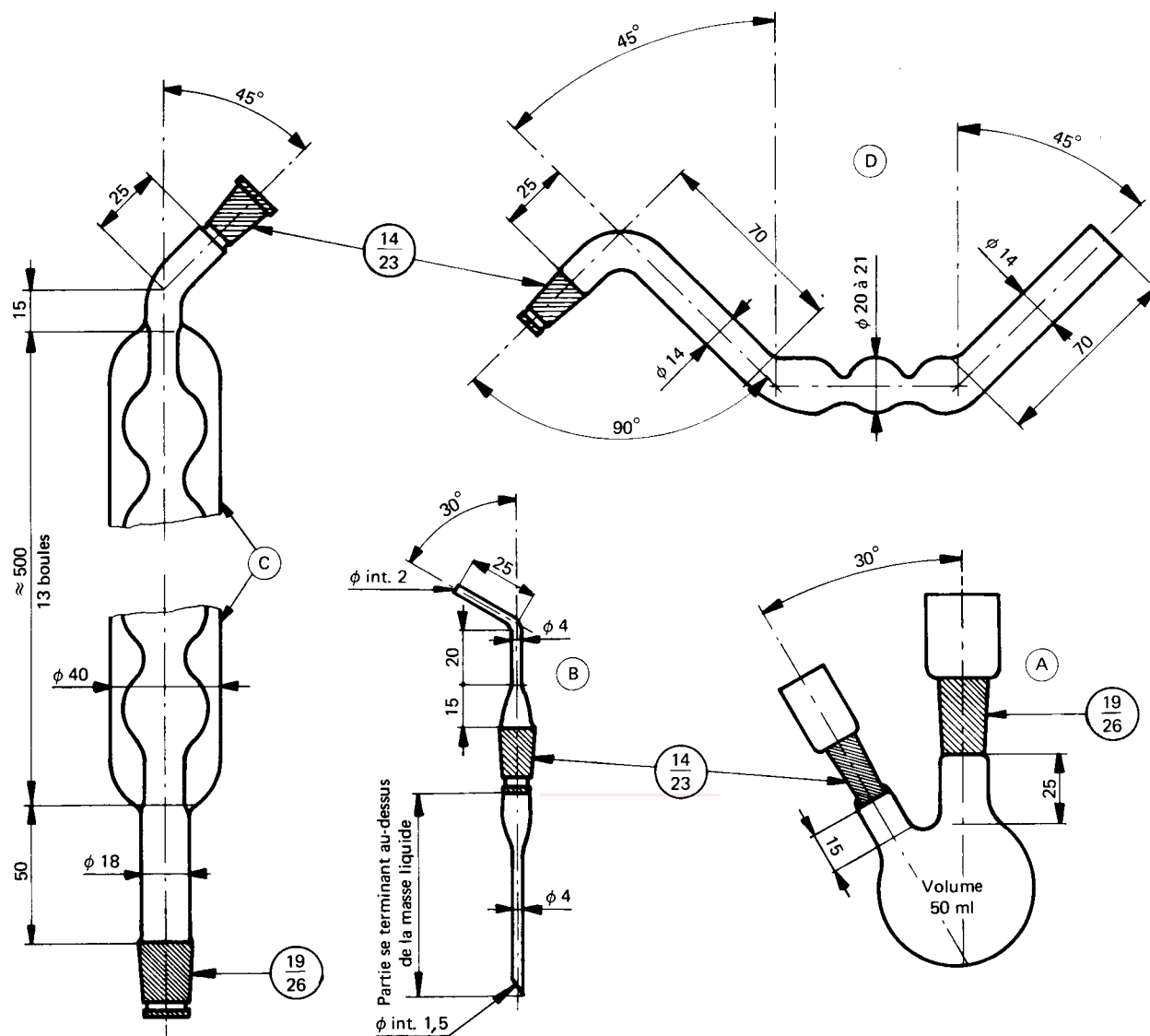
La différence entre les résultats obtenus sur le même échantillon, dans deux laboratoires différents, ne doit pas dépasser 3 % de la valeur moyenne, pour des dérivés contenant plus de 10 % d'oxyde d'éthylène.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode utilisée;
- c) les résultats obtenus;
- d) les conditions de l'essai;
- e) les détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Dimensions en millimètres



- (A) Ballon à fond rond, à deux cols rodés
- (B) Tube d'entrée d'air
- (C) Réfrigérant
- (D) Barboteur
- (E) Baguette d'ébullition

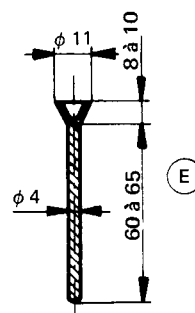


FIGURE 1 — Détail de la verrerie

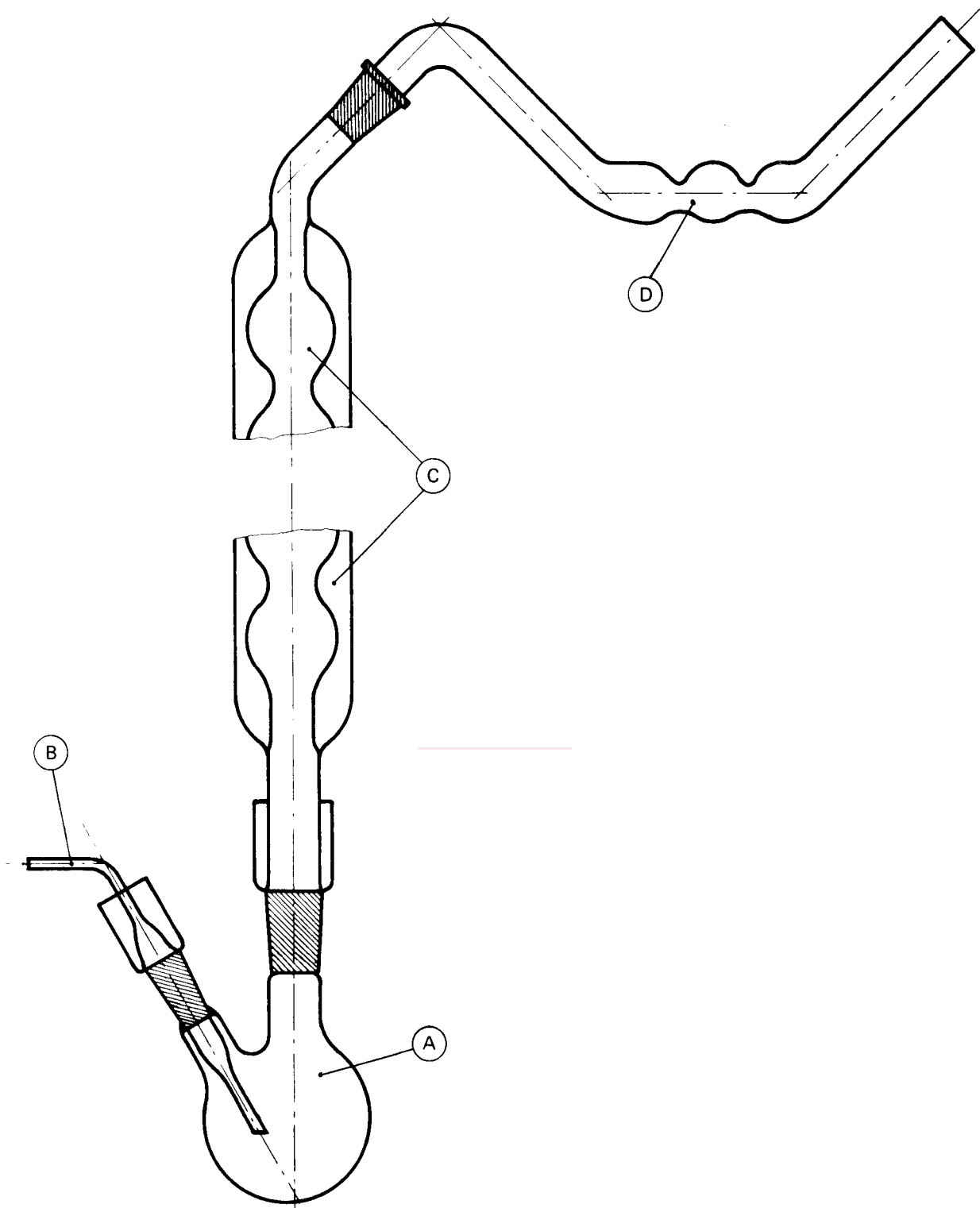


FIGURE 2 – Schéma de l'appareillage assemblé