

NORME INTERNATIONALE

ISO
2270

Deuxième édition
1989-08-15

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

iTeh Standards
Non-ionic surface active agents — Polyethoxylated derivatives — Iodometric determination of oxyethylene groups
[\(<https://standards.iteh.ai>\)](https://standards.iteh.ai)
Document Preview

[ISO 2270:1989](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f020ddf7-e404-469d-be17-2113ea72de50/iso-2270-1989>



Numéro de référence
ISO 2270 : 1989 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2270 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2270 : 1972), dont elle constitue une révision mineure.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f020ddf7-e404-469d-be17-2113ea72de50/iso-2270-1989>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode iodométrique pour le dosage des groupes oxyéthylène dans les agents de surface non ioniques polyéthoxylés.

La 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 des dérivés non polyéthoxylés des alcools, acides gras et alkylphénols ci-dessus.

Elle 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.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 383 : 1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*.

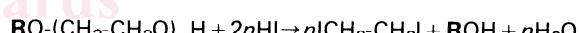
3 Principe

Hydrolyse des groupes oxyéthylène par l'acide iodhydrique naissant.

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

4 Réactions

La réaction de base est la conversion de chaque groupe $(CH_2-CH_2O)_nH$ en diiodure d'éthylène (ICH_2-CH_2I), selon l'équation



Puis le diiodure d'éthylène instable se décompose par chauffage selon l'équation



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 iode stable.

5 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Azote ou dioxyde de carbone.

5.2 Iodure de potassium cristallisé, de pureté minimale 99,5 %.

5.3 Acide phosphorique, ϱ_{20} 1,70 g/ml environ.

5.4 Méthanol, ϱ_{20} 0,79 g/ml.

5.5 Iodure de potassium, solution 100 g/l.

5.6 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(Na_2S_2O_3) = 0,1$ mol/l.

5.7 Amidon, solution d'indicateur.

Mélanger 5 g d'amidon et 10 g d'iodure de mercure(II) avec 30 ml d'eau; transvaser le mélange dans 1 litre d'eau bouillante et faire bouillir durant 3 min.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment:

6.1 Ballon à fond rond (voir figures 1 et 2), de 50 ml de capacité, avec un col central muni d'un joint conique rodé femelle 19/26, et un col latéral muni d'un joint conique rodé femelle 14/23. Les joints coniques rodés doivent être conformes aux prescriptions de l'ISO 383.

6.2 Tube d'entrée d'air (voir figures 1 et 2), avec un joint conique rodé mâle 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 (6.1).

6.3 Réfrigérant (voir figures 1 et 2), de 200 mm à 500 mm de longueur nominale d'enceinte, dont l'extrémité inférieure est munie d'un joint conique rodé mâle 19/26, et dont l'extrémité supérieure, qui est inclinée suivant un angle de 45°, est munie d'un joint conique rodé femelle 14/23. Les joints coniques rodés doivent être conformes aux prescriptions de l'ISO 383.

6.4 Barboteur (voir figures 1 et 2), de 7 ml à 10 ml.

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

6.6 Bain d'huile, thermorégulé à 165 °C ± 1 °C.

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

6.8 Burette, de 50 ml de capacité, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, classe A.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, dans la baguette d'ébullition (6.5)

- 60 mg 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 mg à 100 mg d'oxyde d'éthylène, lorsque le produit contient plus de 33 % (*m/m*) d'oxyde d'éthylène.

7.2 Dosage

Recouvrir la baguette d'ébullition, contenant la prise d'essai (7.1), avec le ballon (6.1), 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 (5.2).

Adapter le tube d'entrée d'air (6.2) et le réfrigérant (6.3) au ballon en employant un peu d'acide phosphorique (5.3) pour lubrifier les joints rodés.

Purger le ballon au moyen d'un courant d'azote ou de dioxyde de carbone (5.1) ayant un débit supérieur à 0,5 ml/s, durant au moins 20 min.

Placer le ballon dans le bain d'huile (6.6) réglé à 165 °C ± 1 °C, sans interrompre le courant gazeux et en laissant en place le réfrigérant. Réduire le débit du courant gazeux pour l'amener entre 0,1 ml/s et 0,5 ml/s. Ajouter 5 ml d'acide phosphorique (5.3) à travers le réfrigérant. Remplir le barboteur (6.4) avec une quantité convenable (7 ml à 10 ml) de la solution d'iodure de potassium (5.5), et le fixer au réfrigérant.

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

Retirer le ballon du bain d'huile, 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 joint rodé, 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 ml à 10 ml de la solution d'iodure de potassium. Retirer le barboteur, rincer le réfrigérant et son extrémité inférieure avec quelques millilitres de la solution d'iodure de potassium, recueillir les solutions de lavage dans le ballon et retirer le réfrigérant.

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

Transvaser quantitativement le contenu du ballon dans une fiole conique de 250 ml, rincer avec de l'eau et quelques millilitres de la solution d'iodure de potassium. Si un résidu peu soluble subsiste, le dissoudre avec quelques millilitres de méthanol (5.4).

Titrer avec la solution titrée de thiosulfate de sodium (5.6), en ajoutant de la solution d'amidon (5.7) comme indicateur lorsque la couleur communiquée par l'iode a presque disparu.

7.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.