

NORME INTERNATIONALE

**ISO
2272**

Deuxième édition
1989-07-15

Agents de surface — Savons — Dosage du glycérol libre en faibles teneurs par spectrométrie d'absorption moléculaire

iTeh Standards

*Surface active agents — Soaps — Determination of low contents of free glycerol
by molecular absorption spectrometry*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 2272:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/29a2a05d-22c1-4005-939a-b50c5188dbb4/iso-2272-1989>



Numéro de référence
ISO 2272 : 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 2272 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2272 : 1972), dont elle constitue une révision mineure.

Agents de surface — Savons — Dosage du glycérol libre en faibles teneurs par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique pour le dosage du glycérol libre en faibles teneurs dans les savons.

La méthode est applicable aux savons dont la teneur en glycérol libre est inférieure à 0,5 % (*m/m*).

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

ISO 1042: 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

ISO 6353-3: 1987, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*.

ISO 8212: 1986, *Savons et détergents — Techniques de l'échantillonnage en cours de fabrication*.

3 Principe

Décomposition du savon par l'acide sulfurique, et extraction des acides gras par l'éther de pétrole. Oxydation du glycérol libre restant dans la phase aqueuse par l'acide periodique en acide formique et en formaldéhyde.

Formation d'un composé absorbant dont l'absorbance est proportionnelle à la teneur en glycérol libre, par réaction entre l'aldéhyde formé et l'acide chromotrope.

Mesurage spectrométrique de l'absorbance à une longueur d'onde aux environs de 571 nm.

4 Réactifs

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.

4.1 Éther de pétrole, intervalle de distillation 40 °C à 60 °C.

4.2 Acide sulfurique, solution à 225 g/l, soit 20 % (*m/m*) (ρ_{20} 1,14 g/ml).

4.3 Acide sulfurique, solution à 980 g/l, soit 64 % (*m/m*) (ρ_{20} 1,54 g/ml).

4.4 Méta-periodate de sodium, solution à environ 0,03 mol/l.

Peser 1,6 g de méta-periodate de sodium (NaIO_4), de pureté minimale 99,8 %, dans une fiole jaugée de 250 ml et dissoudre dans environ 100 ml d'une solution d'acide sulfurique à 25 g/l. Compléter au volume avec de la solution d'acide sulfurique de même concentration.

4.5 Acide chromotrope, solution.

Peser, soit 0,25 g de sel disodique dihydraté, soit 0,23 g de sel disodique anhydre de l'acide dihydroxy-1,8 naphthalène-disulfonique-3,6, de pureté minimale 99 %, dans une fiole jaugée de 250 ml et dissoudre dans 10 ml d'eau. Compléter au volume avec une solution d'acide sulfurique à 1 500 g/l [83,6 % (*m/m*)].

Si nécessaire, filtrer la solution à travers un filtre en verre fritté. La solution doit être conservée à l'obscurité. Elle peut être utilisée jusqu'à ce que le pourcentage de transmission, en employant une cuve optique de 1 cm d'épaisseur, soit inférieur à 75 % pour une longueur d'onde de 571 nm.

4.6 Chlorure d'étain(II), solution.

Peser 3,0 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans une fiole jaugée de 100 ml et dissoudre dans 3 ml d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,18 g/ml). Compléter au volume avec de l'eau.

La solution doit être récemment préparée.

4.7 Glycérol, solution étalon, correspondant à 25 mg de glycérol par litre.

Peser, à 0,01 mg près, 500,0 mg de glycérol (R 64) (ISO 6353-3) et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml; dissoudre dans de l'eau et compléter au volume.

Transvaser 50 ml de la solution homogénéisée dans une autre fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 25 µg de glycérol.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Fioles jaugées, de 100 ml de capacité, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042, classe A.

5.2 Burette, de 5 ml de capacité, graduée en 0,01 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, classe A.

5.3 Bain d'eau.

5.4 Ampoules à décanter, de 250 ml de capacité nominale.

5.5 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue de longueurs d'onde comprises entre 350 nm et 760 nm.

6 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire de savon doit être préparé et conservé conformément aux prescriptions de l'ISO 8212.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 1 mg près, dans une fiole conique munie d'un bouchon rodé, 2 g à 3 g de l'échantillon pour laboratoire de savon (article 6). Ajouter 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.2) et chauffer au bain d'eau (5.3) jusqu'à ce que les acides gras forment une couche limpide.

Transvaser le mélange dans une ampoule à décanter de 250 ml (5.4), en rinçant à deux reprises la fiole conique avec 25 ml d'éther de pétrole (4.1), et ensuite avec 25 ml d'eau. Agiter, attendre la séparation des phases et recueillir la phase aqueuse dans une fiole conique. Extraire encore deux fois la phase éther de pétrole avec, à chaque fois, 10 ml d'eau. Réunir les liquides de lavage avec la première phase aqueuse. Éliminer l'éther de pétrole présent dans la solution aqueuse par chauffage au bain d'eau. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml (5.1), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. [Si la solution est trouble (par suite de la présence possible d'oxyde de titane), la transvaser dans la fiole

jaugée de 100 ml en la filtrant sur un papier filtre. Compléter au volume en lavant le papier filtre à plusieurs reprises avec de l'eau.]

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, en diluant au même volume et en remplaçant la solution d'essai par 2,00 ml d'eau.

7.3 Étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage, se rapportant à des mesurages spectrométriques effectués en cuves de 1 cm d'épaisseur

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml (5.1), introduire, à l'aide de la burette de 5 ml (5.2) :

0,40 ml, 0,80 ml, 1,40 ml et 2,00 ml de la solution étalon de glycérol (4.7), soit :

10 µg, 20 µg, 35 µg et 50 µg de glycérol.

Ajouter de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume total de 2 ml, et poursuivre comme prescrit en 7.4.1.

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mesurer l'absorbance des solutions d'étalonnage (7.3.1) et celle de la solution d'essai à blanc (7.2), après avoir ajusté l'appareil (5.5) au zéro d'absorbance par rapport à l'eau, en suivant les modalités prescrites en 7.4.2.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de la solution d'essai à blanc de celle de chacune des solutions d'étalonnage et tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de glycérol contenues dans 100 ml de solution d'étalonnage et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances nettes.

7.4 Dosage

7.4.1 Formation du composé absorbant

Transférer, à l'aide d'une pipette, 2,00 ml de la solution d'essai (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.1).

Ajouter 1 ml de la solution de métaperiodate de sodium (4.4) et laisser reposer durant 15 min.

NOTE — Selon la teneur en glycérol libre, il est parfois préférable de transférer 1,00 ml de la solution d'essai dans la fiole jaugée de 100 ml.

Ajouter 1 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.6) et 10 ml de la solution d'acide chromotrope (4.5). Homogénéiser et chauffer durant 30 min au bain d'eau (5.3). Laisser refroidir à température ambiante, compléter au volume avec de la solution d'acide sulfurique (4.3) et homogénéiser.