
NORME INTERNATIONALE 2879

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

Glycérine à usage industriel — Dosage du glycérol — Méthode titrimétrique

Glycerine for industrial use — Determination of glycerol content — Titrimetric method

Première édition — 1975-04-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2879:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdd911c0-4996-4d6c-b926-ef181a98e4b0/iso-2879-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fdd911c0-4996-4d6c-b926-ef181a98e4b0/iso-2879-1975>

CDU 661.188.1 : 547.426 : 543.24

Réf. n° : ISO 2879-1975 (F)

Descripteurs : glycérine, dosage, glycérol, analyse volumétrique.

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 2879 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juillet 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Irlande	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Chili	Italie	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Mexique	Thaïlande
Espagne	Nouvelle-Zélande	Turquie
France	Pays-Bas	U.R.S.S.
Hongrie	Portugal	
Inde	Roumanie	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Afrique du Sud, Rép. d'
Royaume-Uni
U.S.A.

Glycérine à usage industriel – Dosage du glycérol – Méthode titrimétrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du glycérol dans la glycérine à usage industriel.

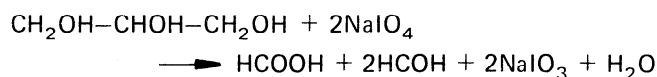
2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable à l'analyse des glycérines qui ne contiennent pas d'autres composés organiques possédant plus de deux groupements hydroxyles adjacents, des sucres par exemple, qui peuvent également donner naissance à de l'acide formique et, de ce fait, interférer dans le dosage du glycérol.

3 PRINCIPE

Oxydation du glycérol à froid par le periodate de sodium, en milieu acide fort. Titrage de l'acidité formique formée au cours de la réaction, à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en utilisant un pH-mètre.

4 RÉACTION



5 RÉACTIFS

5.1 Eau distillée ou eau de pureté équivalente, exempte de dioxyde de carbone.

5.2 Éthanediol-1,2 (éthylène glycol), solution diluée.

Diluer un volume d'éthanediol-1,2, exempt de glycérol et neutre à la phénolphtaléine, dans un volume égal d'eau (5.1).

5.3 Acide sulfurique, solution environ 0,1 N.

5.4 Formiate de sodium (NaCHO_2), solution environ N.

5.5 Méta-periodate de sodium (NaIO_4) neutre, de titre au moins égal à 98 % (m/m), solution acide à 60 g/l.

5.5.1 Vérification de la neutralité du produit

Dissoudre 5 g de produit dans 150 ml d'eau (5.1) dans une fiole conique de 500 ml, ajouter 5 ml d'éthanediol-1,2 (5.2) puis laisser reposer, à l'obscurité et à l'abri du dioxyde de

carbone atmosphérique pendant 30 min. Il doit alors être possible de neutraliser la solution, en présence de rouge de phénol, avec un volume de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N inférieur à 1 ml et, de préférence, à 0,2 ml.

5.5.2 Préparation de la solution acide

Dissoudre, à froid, 60 g de méta-periodate de sodium (5.5) pesés à 0,1 g près, dans environ 500 ml d'eau (5.1) additionnés de 120 ml de la solution d'acide sulfurique (5.3). Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec l'eau (5.1) et homogénéiser. Filtrer, si nécessaire, sur filtre en verre fritté.

5.5.3 Vérification de l'acidité de la solution

Le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (5.7) utilisé lors de l'essai à blanc (7.2) ne doit pas être inférieur à 4,5 ml, ce qui équivaut à l'acidité exigée pour la réaction de base (4).

5.5.4 Conservation de la solution

Conserver la solution dans un flacon en verre foncé, à bouchon en verre rodé.

5.6 Hydroxyde de sodium, solution environ 0,05 N.

5.7 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,125 N exempte de dioxyde de carbone.

NOTE – En attendant qu'un étalon primaire acide valable soit défini sur le plan international, il est recommandé aux parties intéressées d'utiliser, pour l'étalonnage de cette solution, le même lot d'étalon primaire.

5.8 Phénolphtaléine, solution éthanolique à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de phénolphtaléine dans de l'éthanol à 95 % (V/V), et compléter le volume à 100 ml avec le même éthanol.

6 APPAREILLAGE

D'une manière générale, les bouchons en liège sont à proscrire et l'utilisation de verrerie rodée est recommandée.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Burette de précision de 50 ml, type ISO/R 385, Classe A, à pointe effilée permettant de débiter 30 gouttes par millilitre.

6.2 pH-mètre, muni d'une électrode de verre. Cet appareil doit être contrôlé au moyen de deux solutions tampons :

- hydrogéné phthalate de potassium [C₆H₄(COOK)(COOH)], solution 0,05 M (10,12 g/l, pH 4,00 à 20 °C);
- tétraborate disodique décahydraté (Na₂B₄O₇·10H₂O), solution 0,01 M (3,81 g/l, pH 9,22 à 20 °C).

Utiliser des produits spécialement prévus comme étalons pour mesures de pH.

7 MODE OPÉRATOIRE

La présence de dioxyde de carbone étant susceptible d'entraîner des erreurs, il convient, pendant les périodes de repos, de couvrir d'un verre de montre le récipient contenant la préparation, et de veiller en outre à ne pas enrichir l'atmosphère du laboratoire en dioxyde de carbone par d'autres opérations simultanées.

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai ne contenant pas plus de 0,50 g de glycérol.

Si la teneur approximative en glycérol n'est pas connue, la déterminer par un essai préliminaire effectué sur 0,50 g de l'échantillon.

Dans le cas de glycérols dont la concentration en glycérol dépasse 75 %, il est préférable de peser, à 0,000 1 g près, 5 ± 0,1 g de l'échantillon pour essai et de les diluer à 500 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau (5.1) et, après homogénéisation, de prélever 50 ml de cette solution.

7.2 Essai à blanc

Exécuter, lors de chaque dosage et dans les mêmes conditions, un essai à blanc sans la prise d'essai, en mettant en œuvre les mêmes quantités de réactifs et d'eau de dilution que celles utilisées pour le dosage.

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Dans le cas d'échantillons alcalins ou donnant par acidification un précipité de matières goudroneuses, introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole surmontée d'un réfrigérant à reflux, la diluer à 50 ml si nécessaire, neutraliser jusqu'à décoloration, en présence de 2 gouttes de la solution de phénolphaléine (5.8), au moyen de la solution d'acide sulfurique (5.3), et ajouter un excès de 5 ml du même acide. Porter à l'ébullition et maintenir celle-ci pendant 5 min. Laisser refroidir. Filtrer, si nécessaire, et laver à l'eau (5.1). Transvaser quantitativement dans un bécher de 600 ml, forme haute.

Dans les autres cas, introduire directement la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 600 ml, forme haute.

7.3.2 Titration

Diluer la solution d'essai (7.3.1) avec l'eau (5.1), jusqu'au volume de 250 ml environ.

Neutraliser, au moyen de la solution d'hydroxyde de sodium (5.6), tout en agitant, jusqu'au pH 7,9 ± 0,1, vérifié au moyen du pH-mètre (6.2).

Ajouter 50,0 ml de la solution de métaperiodate de sodium (5.5). Mélanger en agitant modérément, couvrir le bécher au moyen d'un verre de montre, et laisser reposer pendant 30 min à l'obscurité, à une température ne dépassant pas 35 °C.

Ajouter alors 10 ml d'éthanol-1,2 (5.2), homogénéiser et laisser reposer encore pendant 20 min dans les mêmes conditions.

Ajouter 5,00 ml de la solution de formiate de sodium (5.4), et titrer ensuite l'acidité présente au moyen de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.7) jusqu'au pH 7,9 ± 0,2, vérifié au moyen du pH-mètre (6.2).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en glycérol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(V_1 - V_2) \times 0,125 \times 0,092 1 \times \frac{100}{m} = 1,151 \frac{(V_1 - V_2)}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.7) utilisé pour le dosage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.7) utilisé pour l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai, compte tenu d'une éventuelle dilution intermédiaire.

9 PROCÈS-VERBAL

Le procès-verbal doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.