

SOLUTIONS AQUEUSES DE GLYCERINE DOSAGE DE LA GLYCERINE (PAR OXYDATION)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

*Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1576.
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.*

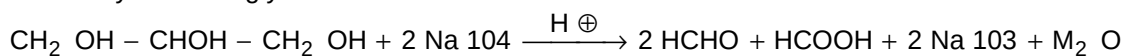
1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode permet de déterminer la pureté de la glycérine en dosant le groupement alcool secondaire. Elle complète la méthode d'essai D50 1247 qui s'applique difficilement pour le dosage de la glycérine (dosage incomplet des hydroxyles primaires et secondaires).

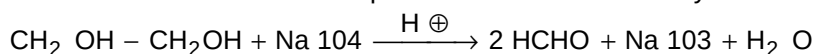
2.PRINCIPE

Le périodate de sodium en solution sulfurique, oxyde le groupement alcool secondaire du glycérol en acide formique, qui est dosable par la soude. Les réactions à température ambiante sont les suivantes :

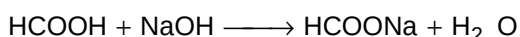
- Oxydation du glycérol



- Réduction de l'excès de périodate de sodium au moyen d'une solution d'éthylène glycol.



- Neutralisation de l'acide formique par la soude :



Nota : Les alcools supérieurs du type $\text{HOCH}_2 (\text{CHOH})_n$, $\text{CH}_2 \text{ OH}$ réagissent comme la glycérine, aussi est-il nécessaire de s'assurer (par analyse infrarouge ou par chromatographie) que l'échantillon renferme uniquement de la glycérine en solution plus ou moins aqueuse.

3.APPAREILLAGE ET PRODUITS UTILISES

3.1.PH METRE.

3.2.BALANCE DE PRECISION

au 1/10 mg.

3.3.AGITATEUR MAGNETIQUE.

3.4.FIOLE JAUGEE

de 1 litre.

3.5.BECHER

de 600 ml.

3.6.EPROUVETTES GRADUEES.

3.7.BURETTES

de 25 ml et 10 ml.

3.8.PIPETTE DE PRECISION

de 50 ml.

3.9.SOLUTION D'ACIDE SULFURIQUE

0,2 N environ.

3.10.SOLUTION DE SOUDE

0,05 N environ.

3.11.SOUDE AQUEUSE DE CINORMALE

de titre exactement connu.

3.12.BLEU DE BROMOTHYMOLE

à 0,01 % préparé comme suit :

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromothymol dans 16 ml de soude 0,01 N en agitant bien, compléter ensuite à 100 ml avec de l'eau distillée.

3.13.SOLUTION DE PERIODATE DE SODIUM

Dissoudre 10 g de périodate de sodium dans 1 litre d'eau distillée contenant 120 ml d'acide sulfurique 0,1 N. Agiter fortement, la dissolution doit avoir lieu à température ambiante, et est assez longue.

Employer une solution de périodate de sodium fraîchement préparée.

3.14.ETHYLENE GLYCOL

à 50 % dans l'eau distillée.

4.MODE OPERATOIRE

4.1 Dans le bécher (3.5) peser exactement une masse "n" g de l'échantillon à analyser. La masse du prélèvement est fonction de la teneur présumée en glycérol. On trouvera reportées dans le tableau ci-dessous les masses d'échantillons à prélever.

PURETE PRESUMEE EN GLYCEROL	MASSE DE LA PRISE D'ESSAI EN GLYCEROL (g)
100 ou moins	0,40 - 0,53
90 ou moins	0,45 - 0,55
80 ou moins	0,50 - 0,60
70 ou moins	0,55 - 0,75
60 ou moins	0,65 - 0,85
50 ou moins	0,80 - 1,00
40 ou moins	0,90 - 1,30
30 ou moins	1,20 - 1,80
20 ou moins	1,80 - 2,60
10 ou moins	4,00 - 5,00
5 ou moins	7,00 - 11,00
2,5 ou moins	16,00 - 20,00
1,0 ou moins	40,00
0,5 ou moins	80,00