

GRAISSES A BASE DE SAVONS ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse complète d'une graisse à base de savons.

2.PRINCIPE

On détermine qualitativement et quantitativement les différents constituants d'une graisse : savons, huile et additifs, charges.

3.APPAREILLAGE

- Filtre en fibre de verre (par exemple WHATMANN GF/C).
- Cartouches d'extraction.
- Colonne pour chromatographie basse pression.
- Préservatifs sans silicone.
- Soxhlet.
- Ballons, erlenmeyers, béchers, ampoule à décanter.
- Colonne C₁₈ Bondapak.
- Chromatographe en phase liquide haute pression.
- Etuve.
- Evaporateur à vide.
- Spectrographe infrarouge.
- Spectrographe absorption atomique.
- Agitateur magnétique chauffant.

4.REACTIFS

- Acide nitrique 1 N, qualité pour analyse.
- Butanol-1, qualité pour analyse.
- Hexane, qualité pour analyse.
- Alcool méthylique, qualité pour analyse.
- Xylène, qualité pour analyse.
- Silice 60 (230-400 mesh).
- Trifluorure de bore-méthanol (20 % trifluorure).
- Sulfate de sodium.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.SEPARATION HUILE/SAVONS

Dans une cartouche d'extraction en papier, tarée (P_1), mettre environ 20 g de graisse. Peser la cartouche à nouveau (P_2). Mettre à extraire au soxhlet avec environ 200 ml d'hexane dans un ballon taré (P_4) pendant 16 heures.

Non extrait à l'hexane dans la cartouche : savons et charges minérales

Sécher la cartouche à l'étuve à 100 °C pendant 1/2 heure environ jusqu'à poids constant et peser (P_3).

$$\% \text{ savons + charges minérales} = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} \cdot 100$$

Extrait à l'hexane : huile + additifs

Evaporer sous vide l'hexane contenu dans le ballon jusqu'à poids constant, peser (P_5).

$$\% \text{ huile} = \frac{P_5 - P_4}{P_2 - P_1} \cdot 100$$

Charges minérales

- Un échantillon de graisse exactement pesé (P_6) (de l'ordre de 2 g) est étalé sur les parois intérieures d'un erlenmeyer de 250 ml. Ajouter 50 ml de xylène, 50 ml de butanol-1, 100 ml de HNO_3 1N et un barreau aimanté de 6 cm de long.
- Placer l'erlenmeyer sur un agitateur magnétique chauffant.
- Maintenir un chauffage et une forte agitation pendant 30 minutes.
- Filtrer sous vide l'ensemble Millipore sur filtre Whatmann GF/C taré (P_7) (ou fibre de verre). Peser le filtre (P_8) après l'avoir fait sécher à l'étuve à 100 °C.

$$\% \text{ charges} = \frac{P_8 - P_7}{P_6} \cdot 100$$

5.2.ANALYSE DE L'HUILE

5.2.1.DIALYSE

Dans un préservatif (rincé préalablement à l'hexane) taré (P_8) mettre environ 10 g d'huile. Peser, soit (P_9). Bien fermer le préservatif à l'aide d'un fil, l'introduire dans une cartouche en papier. Mettre la cartouche à extraire au soxhlet avec environ 200 ml d'hexane dans un ballon taré (P_{10}).

Partie non dialysée

Prendre la cartouche, couper le préservatif à l'aide de ciseaux, le vider dans un bécher taré (P_{11}) sécher à l'étuve à 80 °C pendant 1 heure, peser (P_{12}). Faire un spectre infrarouge (comme additif cela peut être du métacrylate ou styrène, un détergent type sulfonate, du naphthénate de plomb...).

$$\% \text{ non dialysé} = \frac{(P_{12} - P_{11})}{(P_9 - P_8)} \cdot \frac{(P_5 - P_4)}{(P_2 - P_1)} \cdot 100$$

Partie dialysée

Evaporer sous vide l'hexane contenu dans le ballon jusqu'à poids constant, soit (P_{12}).

$$\% \text{ huile dialysée} = \frac{(P_{12} - P_{10})}{(P_9 - P_8)} \cdot \frac{(P_5 - P_4)}{(P_2 - P_1)}$$

5.2.2.ANALYSE DE L'HUILE DIALYSEE

La séparation est réalisée par chromatographie sur colonne et est suivie d'une identification par infrarouge, voir méthode d'essai D50 5146.

Nota : Les préservatifs contiennent en principe des silicones, il ne faut donc pas noter leur présence si on en retrouve lors de la séparation chromatographique.