

## ANNEXE

<b>ANNEXE 1 : analyse du chlorure de sodium .....</b>	<b>2</b>
<b>ANNEXE 2 : analyse d'une poudre de benzoate de sodium .....</b>	<b>2</b>
<b>ANNEXE 3 : essais d'aptitude et critère du Z-score .....</b>	<b>3</b>
<b>ANNEXE 4 : analyse du plomb par spectroscopie d'absorption atomique .....</b>	<b>3</b>
<b>ANNEXE 5 : norme de mesure d'un extrait sec .....</b>	<b>4</b>
<b>ANNEXE 6 : modélisation de la sédimentation d'une suspension .....</b>	<b>4</b>

## ANNEXE 1 : analyse du chlorure de sodium

D'après «*Pharmacopée Européenne 8.0 p1604*»

Dissoudre une masse approximative de 5 g (à noter précisément) de matière première dans 50 mL d'eau déminéralisée. Ajouter goutte à goutte de l'acide nitrique dilué jusqu'à ce que la solution soit neutre au papier pH. Ajouter 2 mL de solution de chromate de potassium et titrer par une solution de nitrate d'argent à 0,100 mol.L<sup>-1</sup>. L'équivalence est repérée à l'apparition d'une légère coloration orange.

Chromate de potassium : K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>

Nitrate d'argent : AgNO<sub>3</sub>

AgCl : précipité blanc photosensible

Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> : précipité rouge brique

CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> : teinte jaune

Masse molaire du chlorure de sodium :  $M_{\text{NaCl}} = 58,44 \text{ g.mol}^{-1}$

L'incertitude élargie (k = 2) de l'analyse est de 1,2 % sur le titre massique.

## ANNEXE 2 : analyse d'une poudre de benzoate de sodium

D'après «*Japanese Pharmacopoeia 2016 p1566* »

Weigh accurately about 1,5 g of sodium benzoate and transfer to a 300-mL glass-flask. Dissolve in 25 mL of water, add 75 mL of diethyl ether and 10 drops of bromophenol blue and titrate with 0,500 mol/L hydrochloric acid (HCl) while mixing the aqueous and diethyl ether layers by vigorous shaking, until a persistent, light green color is produced in the aqueous layer.

Benzoate de sodium :

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COONa

Masse molaire :  $M_{\text{benzoate de sodium}} = 144,11 \text{ g.mol}^{-1}$

Solubilité : 630 g.L<sup>-1</sup> dans l'eau à 20 °C, pratiquement insoluble dans l'éther diéthylique.

Acide benzoïque :

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOH

solubilité 2,9 g.L<sup>-1</sup> dans l'eau à 20 °C, bonne solubilité dans l'éther diéthylique.

L'acide benzoïque se comporte comme un acide faible dans ce milieu.

Bleu de bromophénol : zone de virage de pH 3,0 à 4,6

Forme "acide" jaune / zone de virage verte / forme "basique" bleue

L'incertitude élargie (k = 2) de l'analyse est de 1,2 % sur la pureté.

## ANNEXE 3 : essais d'aptitude et critère du Z-score

Le critère du "Z-score" permet d'évaluer la qualité des résultats obtenus par un laboratoire : il sert donc de comparaison. Des échantillons réputés identiques sont envoyés à tous les laboratoires et testés dans le cadre d'un essai d'aptitude inter-laboratoires. Un technicien effectue **une seule mesure**.

Le Z-score  $Z_i$  d'un laboratoire  $i$  est calculé avec la relation suivante :

$$Z_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s_{labo}}$$

$x_i$	mesure obtenue par le laboratoire $i$
$\bar{x}$	moyenne des mesures $x_i$
$s_{labo}$	écart-type des mesures $x_i$

Les critères d'interprétation du Z-score d'un laboratoire sont les suivants :

- $|Z_i| < 2$  score satisfaisant, les résultats d'analyse sont corrects
- $2 \leq |Z_i| < 3$  score discutable nécessitant une surveillance ou une action préventive
- $|Z_i| \geq 3$  score insatisfaisant nécessitant une action corrective : les résultats d'analyse ne sont pas acceptables.

## ANNEXE 4 : analyse du plomb par spectroscopie d'absorption atomique

### Préparation de l'échantillon analysé

D'après « *Determination of heavy metals in toothpastes, R. and T. Nageswara Rao, Indian Journal of Chemical Technology, Vol 21, July 2014 pp 228-243* »

Une masse d'approximativement 2 g de dentifrice est pesée (relever la valeur exacte) dans un creuset en silice. L'échantillon est traité de la manière suivante :

- ajout de 2 mL d'acide chlorhydrique concentré et 6 mL d'acide nitrique concentré, chauffage à 140 °C puis refroidissement de la solution à température ambiante ;
- ajout de 2 mL d'acide fluorhydrique, chauffage à 140 °C jusqu'à obtention d'un résidu solide ;
- ajout de 2 mL d'acide sulfurique concentré, chauffage à 140 °C ;
- ajout de 10 mL d'acide nitrique, chauffage jusqu'à obtention d'une solution limpide.
- transfert dans une fiole jaugée de 25 mL, ajustage avec de l'eau déminéralisée.

La solution obtenue est alors analysée.

### Préparation de la solution étalon primaire

Pesée de 1,000 g de plomb métal, chauffage dans 30 mL de solution d'acide nitrique à 50 % jusqu'à transformation du métal puis transfert quantitatif dans une fiole de 1 L avant ajustage avec de l'eau déminéralisée.

## ANNEXE 5 : norme de mesure d'un extrait sec

Il s'agit de l'extrait sec pour un dentifrice déterminé d'après une norme adaptée de la norme ISO 3251 par passage dans une étuve dont la température est de 105 °C et pendant 1 heure.

### Mode opératoire :

- effectuer deux essais ;
- dégraisser et nettoyer une capsule ;
- sécher la capsule dans l'étuve à la température spécifiée et la conserver dans le dessiccateur jusqu'à utilisation ;
- déterminer la masse de la capsule propre et sèche ( $m_0$ ) à 1 mg près ;
- ajouter, à 1 mg près, une prise d'essai de 1 g dans la capsule en la répartissant uniformément ; peser l'ensemble ( $m_1$ ) ;
- placer ensuite la capsule dans l'étuve, après l'avoir portée à la température spécifiée ;
- laisser la capsule dans l'étuve pendant la durée de chauffage spécifiée ;
- au terme de la durée de chauffage, transférer la capsule dans le dessiccateur et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante ;
- peser la capsule contenant le résidu ( $m_2$ ), à 1 mg près ;
- si les deux essais de l'extrait sec diffèrent de plus de 2 % par rapport à la moyenne, effectuer une troisième mesure ;
- calculer la moyenne des deux essais compatibles et consigner le résultat dans le rapport.

## ANNEXE 6 : modélisation de la sédimentation d'une suspension

La loi de Stokes, ci-dessous, permet de modéliser la vitesse des particules dans les dispersions et d'appréhender les phénomènes de sédimentation d'une dispersion :

$$v = \frac{2gR^2(\rho_2 - \rho_1)}{9\eta}$$

Dans laquelle :

- $v$  est la vitesse des particules solides dans la dispersion, en  $\text{m.s}^{-1}$
- $g$  est l'accélération de la pesanteur,  $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$
- $R$  est le rayon de la particule solide, en  $\text{m}$
- $\rho_1$  et  $\rho_2$  sont respectivement les masses volumiques des milieux dispersés et dispersants, en  $\text{kg.m}^{-3}$
- $\eta$  est la viscosité du milieu dispersé, en  $\text{Pa.s}$