
Norme internationale 4311

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

Agents de surface anioniques et non ioniques — Détermination de la concentration critique pour la formation de micelles — Méthode par mesurage de la tension superficielle à la lame, à l'étrier ou à l'anneau

Anionic and non-ionic surface active agents — Determination of the critical micellization concentration — Method by measuring surface tension with a plate, stirrup or ring

Première édition — 1979-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4311:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4546482b-235a-4d2b-9ac9-5c24b02fa967/iso-4311-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4546482b-235a-4d2b-9ac9-5c24b02fa967/iso-4311-1979>

CDU 661.185 : 532.6

Réf. n° : ISO 4311-1979 (F)

Descripteurs : agent de surface, dosage, concentration critique, matière active anionique, matière active non ionique, eau distillée, essai, essai physique, tension superficielle, mesurage.

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'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 4311 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Portugal
Belgique	Iran	Roumanie
Brésil	Italie	Suisse
Canada	Japon	Turquie
Corée, Rép. de	Mexique	URSS
Espagne	Nouvelle-Zélande	USA

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

Agents de surface anioniques et non ioniques — Détermination de la concentration critique pour la formation de micelles — Méthode par mesurage de la tension superficielle à la lame, à l'étrier ou à l'anneau

0 INTRODUCTION

Les courbes de variations des propriétés physiques des solutions aqueuses des agents de surface sont spécifiques à chaque produit; dans une certaine zone de concentration, très étroite en général, ces courbes présentent un brusque changement de pente. Ce phénomène a été attribué à la formation d'agrégats orientés de molécules, et la concentration pour laquelle cette modification se produit a été dénommée «concentration critique pour la formation de micelles» (c.m.c.)¹⁾.

Pour une même longueur de chaîne hydrophobe, la concentration critique pour la formation de micelles est en général plus élevée pour les molécules d'agents de surface ioniques que pour les non ioniques. À part la structure de l'agent de surface, la température et la présence, la nature et la quantité des sels métalliques, les composés organiques font varier la concentration critique pour la formation de micelles; c'est pourquoi il faut bien indiquer les conditions opératoires susceptibles d'influer sur le résultat: la pureté du produit et, autant que possible, ses impuretés, lesquelles peuvent modifier de façon importante la valeur des mesures de tension superficielle (la connaissance de la nature organique ou minérale de ces impuretés, et, si possible, de leur concentration, est très utile). Du fait de ces interactions, on ne peut obtenir une valeur définie de la concentration critique pour la formation de micelles, mais on peut généralement définir son domaine à partir de la courbe de variations de tension superficielle, ce qui dans la pratique est jugé comme satisfaisant.

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la concentration critique pour la formation de micelles des agents de surface anioniques et non ioniques en solution dans l'eau distillée ou autres systèmes aqueux, par mesurage de la tension superficielle à la lame, à l'étrier, ou à l'anneau.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable aux agents de surface non ioniques, purifiés ou non, solubles dans l'eau, ayant une température de trouble supérieure d'au moins 5 °C à la température d'essai, ainsi qu'aux agents de surface anioniques, purifiés ou non, solubles dans l'eau, ayant une température de Krafft inférieure d'au moins 5 °C à la température d'essai.

Pour effectuer des mesurages à des températures supérieures à 35 °C, la méthode est en principe applicable, mais des précautions très strictes doivent alors être prises pour éviter l'évaporation de l'eau et autres solvants qui pourrait intervenir.

3 RÉFÉRENCES

ISO 304, *Agents de surface — Détermination de la tension superficielle.*

ISO 607, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon.*²⁾

ISO/R 862, *Agents de surface — Vocabulaire.*

ISO 2456, *Agents de surface — Eau employée comme solvant pour les essais.*³⁾

4 DÉFINITIONS

4.1 micelle : Voir ISO/R 862.

4.2 concentration critique pour la formation de micelles (c.m.c.) : Voir ISO/R 862.

4.3 température de Krafft : Voir ISO/R 862.

4.4 tension superficielle : Voir ISO/R 862.

NOTE — L'unité SI de la tension superficielle est le newton par mètre (N/m). Dans la pratique, son sous-multiple utilisé est le millinewton par mètre (mN/m).*

1) Abréviation de la concentration critique pour la formation de micelles.

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 607.)

3) Actuellement au stade de projet.

* 1 mN/m = 1 dyn/cm

5 PRINCIPE

Détermination de la tension superficielle d'une série de solutions de concentrations variables encadrant la concentration critique pour la formation de micelles. Tracé de la courbe de la tension superficielle en fonction du logarithme de la concentration; la c.m.c. correspond à un point singulier de cette courbe.

6 RÉACTIF

Eau distillée, conforme à la spécification mentionnée pour l'eau pour essais physiques spéciaux dans l'ISO 2456.

7 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

7.1 Bêchers, de capacité 100 ml, forme basse, conformes à l'ISO 3819.

7.2 Verres de montre.

7.3 Tensiomètre, tel que décrit dans l'ISO 304, appareil à lame, à étrier ou à anneau.

7.4 Bain d'eau, permettant de maintenir la température de la solution à $\pm 1^\circ\text{C}$ de 20 à 80 $^\circ\text{C}$.

NOTE — Faire tremper, avant les essais, durant 12 h environ toute la verrerie dans un mélange sulfochromique préparé en ajoutant doucement de l'acide sulfurique, ρ_{20} 1,84 g/ml, dans un volume égal d'une solution saturée de dichromate de potassium. Rincer ensuite à l'eau distillée (chapitre 6) [la dernière eau de lavage doit avoir la tension superficielle de l'eau de départ; cette valeur est à mesurer au tensiomètre (7.3)].

8 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon pour laboratoire d'agent de surface anionique ou non ionique doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO 607.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Solutions d'essai

Préparer, dans les bêchers (7.1) préalablement tarés, une série de dix solutions à différentes concentrations de manière qu'elles encadrent la concentration critique présumée. Ces solutions, pesant chacune exactement 50 g, sont préparées soit par dilution d'une solution mère à 200 mg/l pour des concentrations inférieures à 200 mg/l, soit par dissolution d'une quantité de l'échantillon pour laboratoire pour des concentrations supérieures. Dans le dernier cas, la quantité appropriée d'échantillon pour laboratoire est pesée à 0,1 mg près.

9.2 Mesurages

9.2.1 Détermination approximative de la zone de la c.m.c.

Fixer la température du bain d'eau (7.4) à la température de mesurage. Si la température de Krafft est suffisamment basse (inférieure ou égale à 15 $^\circ\text{C}$), opérer à $20 \pm 1^\circ\text{C}$; sinon, choisir une température d'au moins 5 $^\circ\text{C}$ au-dessus de la température de Krafft pour les agents de surface anioniques. Pour les agents de surface non ioniques, opérer à $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

NOTE — On peut opérer à une température différente de 20 $^\circ\text{C}$, à condition de la préciser dans le procès-verbal d'essai.

Couvrir chacun des dix bêchers, contenant les solutions d'essai (9.1), avec l'un des verres de montre (7.2) et les déposer dans le bain thermostaté (7.4). Mesurer la tension superficielle de chaque solution conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 304, en vue de tracer une première courbe (9.3), en fonction de la concentration, qui comprendra la zone où se situe la c.m.c.

9.2.2 Détermination de la c.m.c.

Suivant le résultat obtenu, préparer, par pesée ou par dilution de la solution mère, de nouveau, six solutions à des concentrations voisines encadrant la c.m.c., qu'on dépose dans le bain thermostaté (7.4), en les recouvrant de verres de montre (7.2). Agiter les solutions sans introduire d'agitateur dans les bêchers; pour cela, agiter d'un mouvement rotatif le bêcher lui-même avec la main. (Faire attention à ne pas provoquer la formation de mousse lors de l'examen de produits fortement moussants.)

Noter l'heure, introduire dans la solution le corps de mesure du tensiomètre (7.3) et ne commencer les mesurages, conformément au mode opératoire spécifié dans l'ISO 304, que 3 h après la dissolution ou la dilution, suivant le cas, et la mise en température. [Si nécessaire, ce temps pourra être augmenté jusqu'à ce que les valeurs de la tension superficielle deviennent stables (voir alinéa suivant), ou le mesurage peut être commencé dès que la stabilité est atteinte.] Pour les concentrations supérieures à la c.m.c., le temps de la mise en équilibre peut être réduit à 15 min.

Effectuer, toutes les 15 min, trois mesurages successifs pour chaque concentration, sans rincer la lame, l'étrier ou l'anneau entre chaque mesurage; le temps d'attente avant le mesurage est suffisant si les trois mesures successives ne présentent pas d'écart systématique progressif. Chaque fois qu'on change de concentration, rincer l'étrier, la lame ou l'anneau à l'éthanol, puis à l'eau distillée. Ne jamais sécher par passage à la flamme.

9.3 Tracé de la courbe

Établir le tracé de la courbe en portant, en ordonnées, les valeurs des tensions superficielles et, en abscisses, les logarithmes des concentrations exprimées en grammes par litre. Utiliser la moyenne des trois valeurs trouvées pour chacune des concentrations.

Sur la courbe, devront figurer les six valeurs déterminées en 9.2.2 et les dix valeurs déterminées en 9.2.1, soit seize valeurs au total.

La courbe tracée permet la détermination de la c.m.c.

Il convient de confirmer le résultat par un mesurage effectué sur une solution à la concentration précédemment déterminée comme étant la c.m.c.

Pour le tracé de la courbe, il convient d'utiliser l'échelle qui est la plus appropriée aux valeurs trouvées (par exemple $1 \text{ cm} = 2,5 \text{ mN/m}$).

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Courbe de la tension superficielle

La c.m.c. des agents de surface anioniques ou non ioniques, exprimée en grammes par litre¹⁾, peut être déterminée en traçant la courbe de la tension superficielle en fonction du logarithme de la concentration, et en la comparant à l'une des trois courbes A, B et C représentées à la figure.

Courbe A : La c.m.c. correspond au point de la courbe qui présente un brusque changement de pente.

Courbe B : La zone de la c.m.c. correspond au point de la courbe pour lequel la tension superficielle est bien inférieure à celle qui est observée pour les concentrations plus élevées. L'abscisse de ce « minimum » précise, par définition, la zone de la c.m.c.

Courbe C : Expérimentalement, aucune valeur de la zone de la c.m.c. ne peut être définie. Il convient de refaire des mesurages, du fait qu'une erreur de manipulation ou un phénomène particulier peut être la cause de résultats inexploitable; si, malgré la répétition des mesurages, on obtient toujours une courbe sans « minimum », celle-ci ne permet malheureusement pas de déterminer la zone de la c.m.c.

10.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus sur le même échan-

tillon, dans deux laboratoires différents, ne doit pas dépasser 10 % de la valeur moyenne trouvée.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- les caractéristiques du produit, en donnant le plus d'informations possible concernant l'aspect, la pureté, la teneur en matière active et la masse moléculaire relative;
- les températures de dissolution ou de dilution et de mesurage de la tension superficielle;
- le moyen de mise en œuvre : dilution d'une solution mère ou pesées directes;
- le temps entre la mise en solution et le mesurage;
- la gamme des concentrations utilisées;
- la nature et la qualité de l'eau distillée utilisée;
- la valeur de la tension superficielle pour chaque concentration;
- le calcul des tensions superficielles déterminées éventuellement par une formule;
- la courbe donnant la valeur de la tension superficielle en fonction du logarithme de la concentration;
- la méthode utilisée et les résultats obtenus, c'est-à-dire la valeur numérique de la c.m.c. ou de sa zone;
- l'appareil utilisé;
- tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents éventuels susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

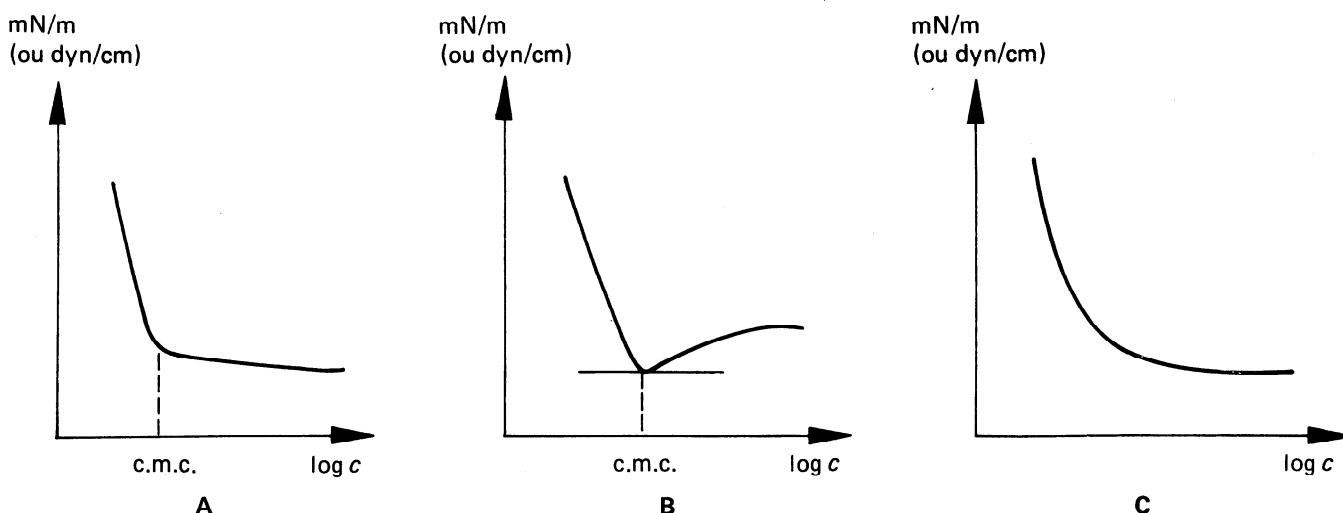


FIGURE — Exemples de courbes de la tension superficielle

1) Dans le cas des produits chimiquement purs, on peut exprimer la c.m.c. en moles par litre.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4311:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4546482b-235a-4d2b-9ac9-5c24b02fa967/iso-4311-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4311:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4546482b-235a-4d2b-9ac9-5c24b02fa967/iso-4311-1979>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4311:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4546482b-235a-4d2b-9ac9-5c24b02fa967/iso-4311-1979>