

---

# NORME INTERNATIONALE



# 6121

---

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

---

## **Agents de surface — Alcanesulfonates techniques — Détermination de la teneur en alcanemonosulfonates (Méthode par titrage direct dans deux phases)**

*Surface active agents — Technical alkylsulphonates — Determination of alkylmonosulphonates content — (Direct two-phase titration method)*

Première édition — 1979-02-15

---

CDU 661.186.5 : 543.24

Réf. no : ISO 6121-1979 (F)

Descripteurs : agent de surface, alcanesulfonates, analyse chimique, dosage, pureté, méthode volumétrique.

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 6121 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	<del>Pays-Bas</del>
Allemagne, R. F.	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Roumanie
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Japon	Turquie
Bulgarie	Kenya	U.R.S.S.
Chili	Mexique	U.S.A.
Espagne	Nouvelle-Zélande	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Agents de surface — Alcanesulfonates techniques — Détermination de la teneur en alcanemonosulfonates (Méthode par titrage direct dans deux phases)

## 0 INTRODUCTION

Le procédé analytique, basé sur l'extraction sélective de l'alcanemonosulfate avec de l'éther de pétrole, a été appliqué avec succès dans l'ISO 3206.

Il a paru opportun de normaliser une méthode par titrage direct dans deux phases, qui est plus rapide que celle décrite dans l'ISO 3206 et laquelle réduit au minimum toute interférence due aux disulfonates.

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en alcanemonosulfonates des alcanesulfonates techniques contenant de faibles quantités de paraffines.

Elle est applicable à tous les sels alcalins des produits de sulfochloration et de sulfoxydation des paraffines.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO/R 385, *Burettes*.

ISO 607, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon*.<sup>1)</sup>

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

ISO 1402, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

ISO 2271, *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique (Méthode par titrage direct dans deux phases)*.

ISO 3206, *Agents de surface — Analyse des alcanesulfonates techniques — Détermination de la teneur en alcanemonosulfonates*.

## 3 DÉFINITION

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable :

**alcanemonosulfonate** : Sel alcalin des acides monosulfoniques présents dans les produits techniques de sulfochloration

et de sulfoxydation de paraffines droites, pures, dont la chaîne comporte 12 à 20 atomes de carbone.

## 4 PRINCIPE

Détermination, dans un milieu composé de deux phases eau-chloroforme, en présence de sulfate de sodium, de la teneur en alcanemonosulfonates par titrage à l'aide d'une solution titrée de matière active cationique (chlorure de benzéthonium), en présence d'un indicateur qui est un mélange de colorant cationique (bromure de dimidium) et de colorant anionique (CI Acid Blue 1).

NOTE — Une description du processus chimique figure dans l'ISO 2271.

## 5 RÉACTIFS

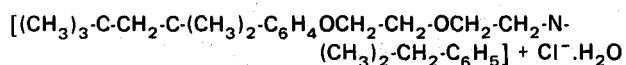
Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.1 Chloroforme**,  $\rho_{20}$  1,48 g/ml, distillant entre 59,5 et 61,5 °C.

**5.2 Sulfate de sodium anhydre**, solution à 200 g/l.

**5.3 Chlorure de benzéthonium**<sup>2)</sup>, solution titrée 0,004 mol/l<sup>3)</sup>.

Chlorure de benzyldiméthyl[(4-tétraméthyl-1,1,3,3 butyl)-2 phénoxy-éthoxy]-2 éthyl ammonium, monohydraté :



### 5.3.1 Préparation de la solution

Peser, à 0,001 g près, 1,75 à 1,85 g de chlorure de benzéthonium, et le dissoudre dans de l'eau.

Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, munie d'un bouchon en verre rodé, et compléter au volume avec de l'eau.

NOTE — Pour obtenir une solution 0,004 mol/l, peser à 0,001 g près, 1,792 g de chlorure de benzéthonium préalablement séché à 105 °C et refroidi en dessiccateur, le dissoudre dans de l'eau, et diluer à 1 litre.

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

2) L'un des noms commerciaux de ce produit est «Hyamine 1622».

3) Auparavant, exprimée solution titrée 0,004 M.

5.3.2 *Étalonnage de la solution*

Prélever, à l'aide d'une pipette, 25 ml d'une solution titrée de laurylsulfate de sodium 0,004 mol/l, les introduire dans un flacon ou une éprouvette de 100 ml, ajouter 10 ml d'eau, 15 ml du chloroforme (5.1) et 10 ml de la solution d'indicateur mixte (5.4).

Titre avec la solution de chlorure de benzéthonium (5.3.1); après chaque ajout, boucher le flacon ou l'éprouvette et bien agiter. La phase inférieure est rose. Poursuivre le titrage, en agitant vigoureusement. Lorsqu'on approche du virage, les émulsions formées pendant l'agitation tendent à se briser facilement. Poursuivre le titrage, goutte à goutte et en agitant après chaque ajout, jusqu'au point final. Celui-ci est atteint lorsque la couleur rose a complètement disparu du chloroforme, qui prend alors une teinte gris-bleu pâle.

La concentration moléculaire,  $c$ , de la solution de chlorure de benzéthonium est donnée par la formule

$$c = \frac{c_0 \times 25}{V_0}$$

où

$c_0$  est la concentration moléculaire, exacte, en moles par litre, de la solution de laurylsulfate de sodium;

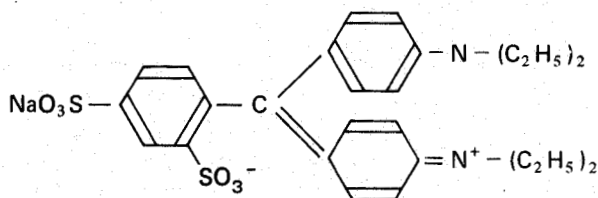
$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium, utilisé pour le titrage.

5.4 *Indicateur mixte, solution.*<sup>1)</sup>

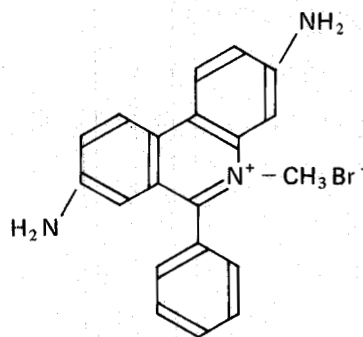
5.4.1 *Solution mère*

Cette solution doit être préparée à partir du CI Acid Blue 1 et du bromure de dimidium.

5.4.1.1 **CI Acid Blue 1**<sup>2)</sup> (Colour Index 42045) (sel disodique de l'acide disulfonique-2,4 dinitrilotriéthyl-4',4'' triphénylméthane) :



5.4.1.2 **Bromure de dimidium** (Bromure de diamino-3,8 méthyl-5 phényl-6 phénanthridinium) :



5.4.1.3 *PRÉPARATION DE LA SOLUTION MÈRE*

Peser, à 0,001 g près,  $0,5 \pm 0,005$  g du bromure de dimidium (5.4.1.2) dans un bécher de 50 ml, et  $0,25 \pm 0,005$  g du CI Acid Blue 1 (5.4.1.1) dans un second bécher de 50 ml de 50 ml.

Ajouter 20 à 30 ml d'une solution chaude d'éthanol à 10 % (V/V), au contenu de chaque bécher.

Agiter jusqu'à dissolution et transvaser les solutions dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer les béchers avec la solution d'éthanol, en recueillant les liquides de rinçage dans la fiole jaugée, puis compléter au volume avec la solution d'éthanol.

5.4.2 *Solution acide*

Ajouter, à 20 ml de la solution mère (5.4.1), 200 ml d'eau dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 20 ml d'une solution d'acide sulfurique 5 N, mélanger et compléter au volume avec de l'eau. Conserver à l'obscurité.

6 **APPAREILLAGE**

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

6.1 **Fiole jaugée**, de capacité 250 ml, conforme à l'ISO 1042.

6.2 **Éprouvette graduée ou flacon**, de capacité 100 ml, muni(e) d'un bouchon en verre rodé.

6.3 **Pipettes à un trait**, de capacité 20 ml, conformes à l'ISO 648, classe A.

6.4 **Burette**, de capacité 25 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

1) Cet indicateur mixte est livré dans le commerce sous forme de solution basique, qui doit être acidifiée et diluée avant son utilisation.

2) L'un des autres noms commerciaux de ce produit est «Bleu VS» ou «Bleu disulfine VN 150».

## 7 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon pour laboratoire doit être préparé et conservé selon les prescriptions de l'ISO 607.

## 8 MODE OPÉRATOIRE

**AVERTISSEMENT** — Se conformer aux consignes de sécurité relatives à la manipulation des solvants nocifs.

### 8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, dans un bécher de 150 ml, une prise d'essai correspondant à environ 0,4 à 0,5 g d'alcanemoneosulfonate.

### 8.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (8.1) dans 50 ml d'eau et transvaser quantitativement la solution dans la fiole jaugée (6.1) en y joignant les solutions de rinçage, et compléter au volume avec de l'eau.

Bien mélanger, puis prélever, à l'aide de l'une des pipettes (6.3), 20,0 ml de la solution précédente, et les introduire dans l'éprouvette ou le flacon (6.2). Ajouter, successivement, à l'aide d'éprouvettes graduées, 10 ml de la solution de sulfate de sodium (5.2), 10 ml de la solution d'indicateur mixte (5.4) et 15 ml du chloroforme (5.1). Boucher l'éprouvette ou le flacon et bien agiter.

Titre avec la solution de chlorure de benzéthonium (5.3) contenue dans la burette (6.4), tout d'abord par additions successives de 2 à 3 ml, en bouchant et en agitant l'éprouvette ou le flacon après chaque ajout.

La phase chloroformique inférieure est rose. Poursuivre ainsi le titrage. Lorsqu'on approche du virage, les émulsions formées pendant l'agitation tendent à se briser facilement, et la coloration de la phase chloroformique devient plus pâle.

À partir de ce moment, poursuivre le titrage par additions de 0,5 ml à la fois, puis enfin goutte à goutte, en agitant après chaque ajout, jusqu'au point final. Celui-ci est atteint lorsque la coloration rose a complètement disparu du chloroforme, qui prend alors une teinte gris-bleu pâle.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 9.1 Mode de calcul

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

$$\frac{V \times c \times M_r \times 1,25}{m_0}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium (5.3), utilisé pour le titrage d'une partie aliquote de 20 ml de solution d'alcanesulfonate;

$c$  est la concentration moléculaire exacte, en moles par litre, de la solution de chlorure de benzéthonium (5.3);

$M_r$  est la masse moléculaire relative de l'alcanemoneosulfonate;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1).

### 9.2 Fidélité

Des analyses comparatives, sur un échantillon sous forme de solution aqueuse homogène, à 25 % ( $m/m$ ) environ de matière soluble totale comprenant : mono-, di- et polysulfonates d'alcane sous forme de leur sel de sodium, sulfate de sodium, et petites quantités de paraffines, effectuées dans 15 laboratoires, ont donné les renseignements statistiques indiqués ci-après :

- moyenne (pourcentage en masse) : 23,05
- écart-type de répétabilité ( $\sigma_r$ ) : 0,55
- écart-type de reproductibilité ( $\sigma_R$ ) : 1,57

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée (référence de la présente Norme internationale);
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) conditions de l'essai;
- e) 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6121:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f1c610f-b74c-4976-a298-ee0dcc945b9d/iso-6121-1979>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6121:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ffc610f-b74c-4976-a298-ee0dcc945b9d/iso-6121-1979>