

NORME INTERNATIONALE

ISO
6121

Deuxième édition
1988-06-01



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

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

iTeh STANDARD PREVIEW

*Surface active agents — Technical alkane sulfonates — Determination of alkane
monosulfonates content by direct two-phase titration*

[ISO 6121:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988>

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6121 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 91, *Agents de surface*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6121 : 1979), dont elle constitue une révision mineure.

Introduction

Le procédé analytique, basé sur l'extraction sélective avec des solvants, qui a été appliqué avec succès à l'analyse des alcanesulfonates de sodium techniques dans l'ISO 893, ne conduit, lors de l'examen analytique des produits de sulfochloration et de sulfoxydation des paraffines, qu'à des résultats approximatifs, par suite de l'influence des alcanedisulfonates formés au cours de la synthèse. Toutefois, étant donné les variations des propriétés technologiques et applicatives dues aux variations des proportions relatives en mono- et disulfonates, la connaissance de leurs teneurs est de toute première importance.

C'est pourquoi il est paru opportun d'établir la présente méthode permettant de déterminer la teneur en alcanemonosulfonates, méthode applicable à tous les alcanesulfonates obtenus par synthèse, et laquelle réduit au minimum toute interférence due aux disulfonates.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6121:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6121:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988>

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

1 Domaine d'application

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

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

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 607 : 1980, *Agents de surface et détergents — Méthodes de division d'un échantillon.*

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 2271 : 1972, *Agents de surface — Détergents — Détermination de la teneur en matière active anionique (Méthode par titrage direct dans deux phases).*

ISO 6845 : 1982, *Agents de surface — Alcanesulfonates techniques — Détermination de la masse moléculaire relative moyenne des alcanemonosulfonates.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

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 (Bleu acide 1).

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

5 Réactifs

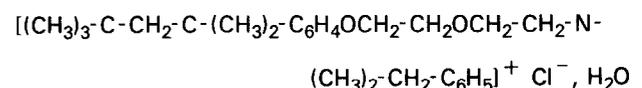
Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Chloroforme, ρ_{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 benzéthonium¹⁾, solution titrée, $c(\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2) = 0,004 \text{ mol/l}$.

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



1) Hyamine 1622 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

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 1 000 ml, munie d'un bouchon en verre rodé, et compléter au volume avec de l'eau.

NOTE — Pour obtenir une solution à 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 1 000 ml.

5.3.2 Étalonnage de la solution

Prélever, à l'aide d'une pipette, 25 ml d'une solution titrée de laurylsulfate de sodium, $c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}) = 0,004 \text{ mol/l}$, 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 émulsion 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.

5.3.3 Calcul de la concentration

La concentration réelle, c , exprimée en moles de $\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{ClNO}_2$ par litre, de la solution de chlorure de benzéthonium, est donnée par la formule

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

où

c_0 est la concentration réelle, exprimée en moles $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ par litre, de la solution de laurylsulfate de sodium utilisée pour le titrage en 5.3.2;

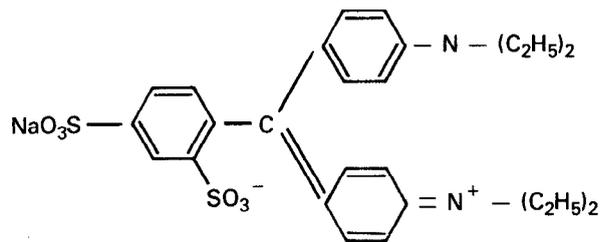
V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure de benzéthonium, utilisé pour le titrage en 5.3.2.

5.4 Indicateur mixte, solution.¹⁾

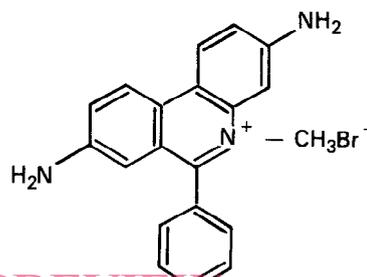
5.4.1 Solution mère

Cette solution doit être préparée à partir de Bleu acide 1 et de bromure de dimidium.

5.4.1.1 Bleu acide 1²⁾ (Colour Index 42045) (Sel disodique de l'acide disulfonique-2,4 dinitrilotiéthy-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 g \pm 0,005 g du bromure de dimidium (5.4.1.2) dans un bécher de 50 ml, et 0,25 g \pm 0,005 g du Bleu acide 1 (5.4.1.1) dans un second bécher 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 à 245 g/l, 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 250 ml de capacité, conforme à l'ISO 1042.

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

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

2) Bleu acide 1, Bleu VS et Bleu disulfite VN 150 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

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

6.4 Burette, de 25 ml de capacité, conforme à l'ISO 385-1, classe A.

7 Échantillonnage

L'échantillon pour laboratoire d'agent de surface 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 1 mg près, dans un bécher de 150 ml, une quantité de l'échantillon pour laboratoire contenant environ 0,4 à 0,5 g d'alcanemonosulfonate.

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 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 alcanemonosulfonates, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

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

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 réelle, en moles de $C_{27}H_{42}ClNO_2$ par litre, de la solution de chlorure de benzéthonium (5.3);

M_r est la masse moléculaire relative de l'alcanemonosulfonate, déterminée conformément à l'ISO 6845;

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 environ 25 % (m/m) 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 suivants concernant la teneur en alcanemonosulfonates :

- moyenne [% (m/m)] : 23,05
- écart-type de répétabilité, σ_r : 0,55
- écart-type de reproductibilité, σ_R : 1,57

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) 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 6121:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8732fe6-c210-4df5-9ddf-38e74c81d022/iso-6121-1988>

CDU 661.186.5 : 543.24 : 661.635.2

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

Prix basé sur 3 pages
